



SKRIPSI – SK 141501

**PEMISAHAN MANGAN DIOKSIDA (MnO_2) DARI
LIMBAH PASTA BATERAI DENGAN METODE
ELEKTROLISIS**

MUHAMMAD IMAN HIDAYAT

NRP. 1412 100 061

Dosen Pembimbing

Suprpto, M.Si, Ph.D

Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, MSi

DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2017



SCRIPT – SK 141501

**SEPARATION OF MANGANESE DIOXIDE (MnO_2)
FROM BATTERY PASTE WASTE BY
ELECTROLYSIS**

MUHAMMAD IMAN HIDAYAT

NRP. 1412 100 061

Advisor Lecturer

Suprpto, M.Si, Ph.D

Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, MSi

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

**PEMISAHAN MANGAN DIOKSIDA (MnO_2) DARI
LIMBAH PASTA BATERAI DENGAN METODE
ELEKTROLISIS**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Program Studi S-1 Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:
MUHAMMAD IMAN HIDAYAT
NRP. 1412 100 061

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN
PEMISAHAN MANGAN DIOKSIDA (MnO_2) DARI
LIMBAH PASTA BATERAI DENGAN METODE
ELEKTROLISIS


TUGAS AKHIR

Disusun oleh:
MUHAMMAD IMAN HIDAYAT
NRP. 1412 100 061


Surabaya, 27 Juli 2017

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I


Suprpto, M.Si, Ph.D
NIP. 19720919 199802 1 002

Dosen Pembimbing II


Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, MSi
NIP. 19740428 199802 1 001

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia


Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.
NIP. 19710616 199703 1 002



KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alam, puji syukur atas limpahan rahmat Allah SWT sehingga naskah yang berjudul **“Pemisahan Mangan Dioksida (MnO_2) Dari Limbah Pasta Baterai Dengan Metode Elektrolisis”** dapat diselesaikan. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan, dukungan dan dorongan dari semua pihak, untuk itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Suprpto, M.Si, Ph.D., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah Tugas Akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc, selaku Ketua Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Tugas Akhir ini dapat terselesaikan.
3. Dra. Harmami, MS., selaku dosen wali atas pengarahan dan saran selama saya menjalani kuliah di Departemen Kimia ITS.
4. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si. dan Dra. Ita Ulfin, M.Si., selaku Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik Departemen Kimia FMIPA ITS yang telah memberikan fasilitas selama pengerjaan tugas akhir ini.
5. Ayah Rudy Hari Wibowo, Ibu Sri Vaharni, Adik M. Ilham Budiman, dan keluarga yang selalu memberikan kasih sayang, perhatian dan motivasi.
6. Keluarga Spectra yang selalu memberikan dukungan dan bantuan dalam pengerjaan naskah Tugas Akhir ini.
7. Teman-teman HIMKA, Retty, Denida Mega, Mbak Is, Kak Artin, Elys, Dedi Candro, Mas Yanatra serta warga

Lab Instrumentasi dan Sains Analitik lainnya, teman – teman CARBON dan CARBONITA, dan teman – teman wibu Agung Bagus P., Mitha O.M., Krisna Adi N., M. Nurtamba Ali, Novia Amalia S., M. Zuhdan A.R., Yoga T.K., dan Gilang W.P., atas semua bantuan dan dukungan selama penyusunan naskah tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa naskah ini masih terdapat kekurangan dalam penyusunan naskah ini. Penulis mengharapkan saran yang bersifat membangun terhadap tulisan ini. Semoga naskah ini memberikan manfaat dan inspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang terkait dengan yang penulis kerjakan.

Surabaya, 27 Juli 2017

Penulis

PEMISAHAN MANGAN DIOKSIDA (MnO_2) DARI LIMBAH PASTA BATERAI DENGAN METODE ELEKTROLISIS

Nama : Muhammad Iman Hidayat
NRP : 1412 100 061
Departemen : Kimia FMIPA
Dosen Pembimbing : Suprpto, M.Si., Ph.D
Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan,
MSi

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk memisahkan mangan dioksida (MnO_2) dari limbah pasta baterai dengan metode elektrolisis. Limbah pasta baterai didapatkan dari pasta baterai bekas. Pasta dikarakterisasi menggunakan XRF dan didapatkan komposisi terbesar adalah MnO 60%. Pasta dilindih dengan variasi asam sulfat (H_2SO_4) 1 M, 2 M, dan 4 M dan reduktor asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0,8 M pada suhu 70°C Variasi waktu pelindihan ini adalah 20, 40, dan 60 menit. Kandungan Mn dalam larutan hasil pelindihan dianalisis menggunakan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). Didapatkan kandungan terbesar Mn pada konsentrasi 4 M selama 60 menit sebesar 29,43%. Pemisahan MnO_2 dengan metode elektrolisis dari larutan hasil pelindihan dilakukan dengan variasi tegangan 1, 3, dan 5 Volt dan variasi waktu 20, 40, dan 60 menit. Endapan yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan XRD. Difraktogram XRD menunjukkan senyawa MnO_2 dalam bentuk groutelit dan manganit. Endapan terbesar dihasilkan pada tegangan 5 Volt selama 60 menit sebesar 0,1559 gram.

Kata kunci : limbah pasta baterai, mangan dioksida (MnO_2), pelindihan, elektrolisis, dan AAS

SEPARATION OF MANGANESE DIOXIDE (MnO_2) FROM BATTERY PASTE WASTE BY ELECTROLYSIS

Name : Muhammad Iman Hidayat
NRP : 1412 100 061
Department : Chemistry
Advisor Lecturer : Suprpto, M.Si., Ph.D
Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan,
MSi

ABSTRACT

Research on separation of manganese dioxide (MnO_2) from battery paste waste by electrolysis had been performed. Battery paste waste was separated from used battery. Paste had been characterized by XRF and the most abundant composition of it was MnO 60%. Paste had been leached with the variations of sulfuric acid (H_2SO_4) 1 M, 2 M, and 4 M and oxalic acid ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0.8 M as reductor at 70°C . The time variations of this leaching were 20, 40, and 60 minutes. After leached, the solution were analyzed with Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) to determine the composition of Mn in solution. The most abundant Mn result when it was leached by sulfuric acid 4 M for 60 minutes, 29,43% Mn was leached. MnO_2 separation was carried out by electrolysis method at 1, 3, and 5 Volt and the time variation 20, 40, and 60 minutes. Slurry was characterized by XRD. XRD diffractogram had showed MnO_2 in groutelite and manganite mineral phase. The most slurry was gotten when electrolysis was performed at 5 Volt for 60 minutes. It got 0.1559 gram Mn slurry.

Keyword: waste battery paste, manganese dioxide (MnO_2), leaching, electrolysis, and AAS

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	v
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
LAMPIRAN A.....	xiii
LAMPIRAN B.....	xiv
LAMPIRAN C.....	xv
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 5
2.1 Baterai.....	5
2.2 Pelindihan.....	6
2.2.1 MnSO_4	8
2.2.2 Asam Sulfat (H_2SO_4).....	8
2.2.3 Asam Oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$).....	9
2.3 Elektrolisis.....	9
2.4 Atomic Absorption Spectrometry (AAS).....	14
2.5 XRD (X-Ray Diffractometer).....	16
2.6 XRF (X-ray Fluorescence).....	18
 BAB III METODE PENELITIAN.....	 21
3.1 Alat dan Bahan.....	21
3.1.1 Alat.....	21
3.1.2 Bahan.....	21
3.2 Prosedur Penelitian.....	21
3.2.1 Preparasi Pasta Baterai.....	21
3.2.2 Preparasi Larutan Standar MnSO_4 untuk Uji	

AAS.....	22
3.2.3 Pembuatan Larutan Asam Sulfat (H_2SO_4)	23
3.2.4 Pembuatan Larutan Asam Oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$)	
0,8 M.....	24
3.2.5 Proses Pelindihan.....	24
3.2.6 Elektrolisis Filtrat Hasil Pelindihan.....	25
3.3 Karakterisasi XRD.....	26
 BAB IV PEMBAHASAN.....	27
4.1 Preparasi Sampel.....	27
4.2 Pelindihan.....	29
4.3 Elektrolisis.....	34
 BAB V KESIMPULAN.....	41
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran.....	42
 DAFTAR PUSTAKA.....	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 (a) Contoh baterai primer komersial.....	6
(b) Contoh baterai sekunder komersial.....	6
Gambar 2.2 Ilustrasi perpindahan massa.....	14
Gambar 2.3. Skema kerja AAS.....	16
Gambar 2.4 Difraksi radiasi sinar-X sesuai Hukum Bragg...	17
Gambar 2.5 Skema kerja XRF.....	18
Gambar 4.1. Pasta Baterai.....	27
Gambar 4.2. Grafik Persentase Filtrat Pelindihan Pasta Baterai Dengan Variasi Asam Sulfat 2 Dengan Waktu pelindihan 20, 40, dan 60 Menit.....	31
Gambar 4.3 Persentase Filtrat Pelindihan Pasta Baterai Dengan Variasi Asam Sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M Dengan Waktu pelindihan 60 menit.....	32
Gambar 4.4 Grafik Persentase Hasil Perhitungan Prosentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Waktu.....	33
Gambar 4.5 Grafik Hasil Perhitungan Persentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Konsentrasi Asam Sulfat.....	34
Gambar 4.6 Larutan hasil elektrolisis dengan tegangan 1 Volt.....	35
Gambar 4.7 (a) Saat elektrolisis berlangsung.....	35
(b) Setelah elektrolisis.....	35
Gambar 4.8 Diagram endapan elektrolisis dengan tegangan 3 Volt.....	36
Gambar 4.9 Diagram endapan elektrolisis dengan tegangan 5 Volt.....	37
Gambar 4.10 Hasil karakterisasi XRD <i>anodic slime</i>	38
Gambar 4.11 Diagram massa Mn <i>slurry</i> dan massa teori elektrolisis dengan tegangan 3 Volt.....	39
Gambar 4.12 Diagram massa <i>slurry</i> dan massa teori elektrolisis dengan tegangan 5 Volt.....	39

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Komposisi senyawa – senyawa dalam pasta Baterai.....	28
Tabel 4.2 Hasil Analisis AAS Filtrat Pelindihan Pasta Baterai Ditinjau Dari Perubahan Waktu.....	31
Tabel 4.3 Hasil Analisis AAS Filtrat Pelindihan Pasta Baterai Yang Ditinjau Dari Perubahan Konsentrasi Asam Sulfat Selama 60 Menit.....	31
Tabel 4.4 Hasil Perhitungan Prosentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Waktu.....	32
Tabel 4.5. Hasil Perhitungan Prosentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Konsentrasi Asam Sulfat Selama 60 Menit.....	33
Tabel 4.6. Massa <i>slurry</i> saat Elektrolisis bertegangan 3 Volt.....	36
Tabel 4.7. Massa <i>slurry</i> saat Elektrolisis bertegangan 5 Volt.....	37
Tabel 4.8. Perbandingan massa Mn <i>slurry</i> dan massa teori elektrolisis dengan tegangan 3 Volt.....	38
Tabel 4.9. Perbandingan massa <i>slurry</i> dan massa teori. elektrolisis dengan tegangan 5 Volt.....	39

LAMPIRAN A

PEMBUATAN LARUTAN

A.1. Pembuatan Larutan MnSO_4 1000 ppm.....	47
A.1.1 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 100 ppm.....	48
A.1.2 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 50 ppm.....	48
A.1.3 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 40 ppm.....	49
A.1.4 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 30 ppm.....	49
A.1.5 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 20 ppm.....	50
A.1.6 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 10 ppm.....	50
A.2 Pembuatan Larutan H_2SO_4 4 M.....	51
A.2.1 Pembuatan Larutan H_2SO_4 2 M.....	52
A.2.2 Pembuatan Larutan H_2SO_4 1 M.....	52
A.3 Pembuatan Larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,80 M.....	52

LAMPIRAN B

PERHITUNGAN

B.1	Pembuatan Kurva Standar Mn.....	55
B.2	Pelindihan Sampel Pasta Baterai.....	55
B.3	Perhitungan Sampel <i>Slurry</i> Hasil Elektrolisis.....	62

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Baterai merupakan benda yang sering digunakan dalam kehidupan. Baterai menjadi salah satu sumber energi di kehidupan manusia. Mulai dari anak-anak, remaja, hingga orang tua sudah pernah menggunakan baterai (Lister, 1993). Dari berbagai penggunaannya, baterai dapat dibedakan menjadi dua, yaitu baterai primer yang dapat digunakan satu kali pemakaian dan baterai sekunder yang dapat digunakan berulang kali setelah diisi muatannya apabila energinya habis. Salah satu contoh dari baterai primer adalah baterai sel kering (Keenan, 1984).

Dalam baterai sel kering, seng digunakan sebagai anoda, karbon sebagai katoda, dan campuran mangan dioksida, seng klorida, dan amonium klorida sebagai elektrolit. Setelah dipakai, terdapat produk lain seperti Mn_2O_3 , $Zn(NH_3)_2Cl_2$, dan $Zn(OH)Cl$. Adanya senyawa-senyawa ini menunjukkan bahwa reaksi dalam baterai tidak sederhana (Linden, 1994).

Setelah baterai sel kering selesai digunakan, kebanyakan orang akan membuangnya ke tempat sampah atau tidak pada tempat semestinya. Diketahui pula bahwa baterai bekas termasuk golongan limbah berbahaya yang sebenarnya tidak boleh dibuang sembarang tempat. Diketahui, unsur terbanyak pada baterai sel kering bekas adalah mangan (Sobianowska-Turek, 2016). Unsur mangan tersebut dapat mencemari lingkungan, contohnya pencemaran air. Mangan dapat menyebabkan air keruh dan menyebabkan noda pada pakaian jika penyucian menggunakan air yang tercemari oleh mangan (Oktiawan, dkk., 2007 ; Said, 2003).

Disisi lain, mangan merupakan logam yang banyak dimanfaatkan dalam industri peleburan besi-baja. Mangan digunakan dalam paduan baja untuk meningkatkan

karakteristik yang menguntungkan seperti kekuatan, kekerasan, dan ketahanan. Mangan juga dapat digunakan untuk bahan baku baterai, formula *stainless steel*, zat pewarna pada kaca dan paduan logam (Ansori, 2010).

Dari permasalahan diatas, maka perlu dilakukan daur ulang baterai kering untuk menghindari pencemaran lingkungan dan meningkatkan nilai ekonomi baterai kering bekas. Salah satu cara yang bisa dilakukan adalah pemisahan mangan dari pasta baterai. Pemisahan dilakukan melalui proses pelindihan. Proses pelindihan merupakan proses agar komponen yang diinginkan terlarut kemudian diambil kembali (*recovery*) (Arsyad, 1997). Beberapa penelitian menjelaskan, mangan dalam bentuk mangan dioksida tidak dapat dilarutkan dengan asam. Pelarutan mangan (IV) dalam asam bisa dilakukan dengan mereduksi mangan (IV) ke mangan (II) dengan menambahkan pereduksi. Beberapa agen pereduksi organik dan anorganik sudah banyak digunakan seperti gas alam, asam oksalat, hidrogen, dan lain – lain (Trifoni et al., 2000).

Salah satu teknik pengambilan kembali ion logam dalam larutan adalah elektrolisis. Elektrolisis larutan ion mangan dalam asam sulfat dapat digunakan untuk pemisahan mangan dalam bentuk mangan dioksida (Biswaal, 2015).

Sehingga, pada penelitian ini akan dilakukan pelindihan mangan dari pasta baterai kemudian mangan yang terlarut diendapkan dalam bentuk mangan dioksida (MnO_2) melalui proses elektrolisis.

1.2 Permasalahan

Permasalahan dari penelitian ini adalah bagaimana pengaruh waktu pelindihan dan konsentrasi asam sulfat pada pelindihan mangan dalam pasta baterai serta pengaruh waktu dan tegangan listrik pada elektrolisis hasil pelindihan untuk mendapatkan mangan dioksida.

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan mangan dioksida melalui proses elektrolisis larutan hasil pelindihan menggunakan asam sulfat pasta baterai dengan pereduksi asam oksalat. Serta mendapatkan variabel konsentrasi asam dan waktu maksimal saat pelindihan ; waktu dan tegangan maksimal pada saat elektrolisis.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah yang digunakan dalam penelitian ini adalah

1. Analisis logam yang dapat larut oleh asam hanya dilakukan untuk logam Mn, sedangkan keberadaan logam lainnya tidak diperhitungkan atau diabaikan.
2. Rasio padat cair yang digunakan adalah 1:55
3. Konsentrasi asam sulfat pada penelitian ini adalah 1 M, 2 M, dan 4M serta tegangan yang digunakan pada penelitian ini adalah 1, 3, dan 5 Volt
4. Waktu pelindihan dan elektrolisis yang digunakan dalam penelitian ini adalah 20, 40, dan 60 menit

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

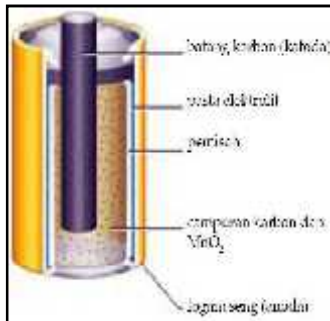
2.1 Baterai

Baterai ditemukan oleh Alesandro Volta pada tahun 1800-an. Istilah baterai sendiri berasal dari bahasa Inggris dan dikemukakan pertama kali oleh Benjamin Franklin yaitu “battery” yang berarti “deretan”, namun di kehidupan sehari-hari baterai sering diartikan sebagai sebuah sel kering (*a single dry cell*).

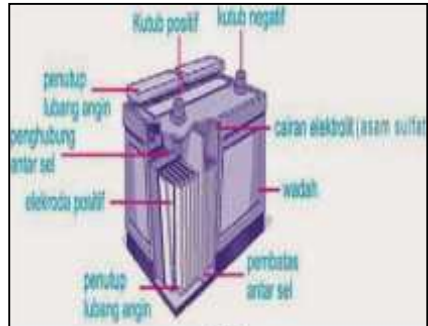
Baterai adalah kumpulan dari beberapa sel listrik yang digunakan untuk menyimpan energi kimia untuk selanjutnya diubah menjadi energi listrik. Baterai terdiri dari elektroda dan elektrolit, di mana elektroda positif dapat disebut katoda dan elektroda negatifnya adalah anoda. Di dalam baterai terjadi reaksi reduksi-oksidasi (redoks) yang merupakan reaksi utama dimana elektron bergerak dan menghasilkan ggl (gaya gerak listrik) (Lister, 1993).

Baterai digolongkan menjadi dua bagian, yaitu baterai primer dan sekunder. Baterai primer adalah baterai yang hanya dapat digunakan satu kali dan tidak dapat diisi ulang (*rechargeable*). Contoh dari baterai ini adalah baterai sel kering ($\text{Zn} - \text{MnO}_2$) dan baterai *alkaline* seperti pada Gambar 2.1 (a). Sedangkan baterai sekunder adalah baterai yang dapat digunakan berulang –ulang dengan mengisi muatannya apabila energinya habis. Contoh dari baterai sekunder adalah baterai Li-ion, aki, dan baterai nikel-kadmium seperti Gambar 2.1 (b) (Keenan, 1984).

Baterai sel kering terdiri dari katoda, anoda, dan elektrolit. Wadah seng dan selubung luar berfungsi padatan yang disebut pasta. Pasta merupakan zat elektrolit baterai.



(a)

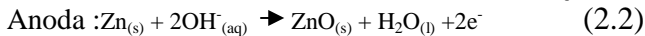
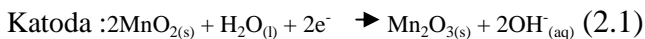


(b)

Gambar 2.1 (a) Contoh baterai primer komersial dan (b) contoh baterai sekunder komersial

Komposisi pasta terdiri dari NH_4Cl , ZnCl_2 , dan MnO_2 (Bird, 1993).

Reaksi yang terjadi pada katoda dan anoda merupakan reaksi rumit. Sederhananya, reaksi yang terjadi adalah



(Bird, 1993).

2.2 Pelindihan

Ekstraksi padat-cair atau disebut juga pelindihan adalah transfer difusi komponen terlarut dari padatan ke dalam pelarutnya. Proses ini merupakan proses yang bersifat fisik karena komponen terlarut kemudian dikembalikan lagi ke keadaan semula tanpa mengalami perubahan kimiawi (Basset, 1994). Umumnya, larutan cair yang digunakan dalam pelindihan adalah air, asam sulfat, asam klorida, dan asam sianida (BAPEDAL, 2003). Dalam proses hidrometalurgi, pelindihan merupakan proses membersihkan

larutan dari pengotor yang tidak diinginkan yang ikut terlarut pada proses pelindihan (Sudarsono, 1987).

Ekstraksi dari bahan padat dapat dilakukan jika bahan yang diinginkan dapat larut dalam larutan pengestraksi. Ekstraksi akan dilakukan berulang – ulang apabila padatan hanya sedikit larut dalam pelarut (Basset, 1994). Faktor – faktor yang memengaruhi laju pelindihan adalah preparasi sampel, waktu pelindihan, kuantitas pelarut, konsentrasi pelarut, jenis pelarut, dan suhu pelindihan (Arsyad, 2001).

Setelah dilakukan pelindihan, ada beberapa cara untuk mengambil produk akhir yang diinginkan. Umumnya logam diperoleh dengan cara elektrowinning dari larutannya (Sudarsono, 1987) atau dengan pengendapan (presipitasi) kimiawi (BAPEDAL, 2003).

Proses pelindihan mangan dilakukan dengan cara hidrometalurgi. Awalnya, pelindihan mangan digunakan dengan cara mengubah batuan mangan atau sumber mangan menjadi ferromangan dan silikon mangan. Pembuatan ferromangan diproduksi dengan menggunakan tanur tiup dan kokas atau arang kayu sebagai reduktor. Tetapi cara ini lambat laun ditinggalkan karena faktor lingkungan dan efisiensi pengerjaan yang kurang baik (Zhang, 2007).

Hingga saat ini penelitian dilakukan untuk mengekstraksi logam mangan melalui pelindihan reduktif dengan berbagai jenis reduktor. Umumnya senyawa mangan merupakan senyawa yang stabil, baik dalam kondisi asam atau basa. Sehingga, proses pelindihan reduktif dalam media larutan asam dengan penambahan reduktor merupakan cara pengolahan sumber mangan (Zhang, 2007).

Penelitian pelindihan sumber mangan berkembang menggunakan berbagai macam pelarut seperti asam sulfat (Das, 1982) dengan tambahan reduktor seperti asam oksalat (Yuanbo, 2013). Beberapa parameter proses yang perlu diteliti meliputi konsentrasi media asam, kecepatan

pengadukan, suhu, dan waktu pelindihan. Parameter tersebut dapat digunakan sebagai nilai pengolahan mangan yang ekonomis dan efisien.

2.2.1 MnSO_4

Mangan ditemukan oleh Johann Gahn pada tahun 1774 di Swedia. Mangan adalah unsur kimia yang bernomor atom 25 dan memiliki simbol Mn. Dalam keadaan normal, mangan memiliki bentuk padat. Logam mangan berwarna putih keabu-abuan. Mangan termasuk logam berat dan sangat rapuh yang mudah mengalami oksidasi. Mangan termasuk golongan transisi dan memiliki titik lebur yang tinggi kira-kira $1.250\text{ }^{\circ}\text{C}$. Mangan cukup elektropositif dan mudah melarut dalam asam bukan pengoksidasi. Mangan memiliki kekerasan yang sedang (Sudianto, 2011).

Salah satu senyawa mangan adalah mangan (II) sulfat dengan rumus kimia MnSO_4 , adalah suatu senyawa berwarna merah muda dan memiliki berat molekul 151 gram/mol. Mangan (II) sulfat bersifat tidak mudah terbakar, mempunyai titik leleh 700°C , tidak volatil, dan mudah larut dalam air dingin atau air panas (MSDS, 2003).

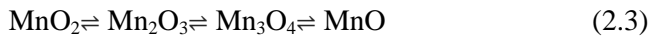
2.2.2 Asam Sulfat (H_2SO_4)

Asam sulfat merupakan senyawa kimia yang termasuk sebagai asam kuat. Senyawa dengan rumus kimia H_2SO_4 ini, dapat larut dalam air dalam berbagai perbandingan. Asam ini banyak digunakan dalam berbagai reaksi kimia. Penggunaan asam sulfat banyak terdapat dalam kegiatan pengolahan bijih mineral, sintesis kimia, dan pengolahan air limbah. Selain itu asam sulfat juga biasa dimanfaatkan sebagai bahan dasar bahan peledak, detergen, zat pewarna, obat-obatan, plastik, baja, dan baterai.

Asam sulfat bereaksi dengan kebanyakan logam menghasilkan ion hidrogen dan logam sulfat. Asam sulfat melarutkan logam – logam seperti besi, aluminium, seng,

mangan, magnesium, dan nikel. Namun, reaksi dengan timah dan tembaga membutuhkan asam sulfat yang pekat dan panas (Takeuchi, 2006).

Beberapa proses menunjukkan untuk melindungi (*leaching*) mangan dari padatan kaya mangan diperlukan asam dan agen pereduksi untuk mengubah bentuk tidak larut (Mn^{4+}) menjadi larut dalam larutan (Mn^{2+}), terutama larutan asam (De Michels et al., 2009). Mangan oksida direduksi dari biloks yang lebih besar menuju biloks yang lebih rendah seperti reaksi (2.3)



(Cheng et.al, 2009)

2.2.3 Asam Oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

Asam oksalat adalah senyawa kimia yang memiliki rumus $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, mempunyai berat molekul rendah, berwujud padat serta berbentuk kristal. Asam karboksilat paling sederhana ini biasanya digambarkan dengan rumus HOOC-COOH . Asam oksalat dikenal sebagai agen pereduksi (Lehninger, 1984).

Pada proses pelindihan mangan diperlukan agen pereduksi seperti asam oksalat. Reaksi yang dapat terjadi antara asam oksalat dan MnO_2 dapat ditulis seperti berikut :



(Sumardi, 2013).

2.3 Elektrolisis

Elektrolisis adalah suatu proses dimana reaksi kimia terjadi pada elektroda yang tercelup dalam elektrolit. Elektroda yang bermuatan positif disebut anoda dan elektroda yang bermuatan negatif disebut katoda. Elektroda seperti

platina, emas, dan karbon yang hanya mentransfer elektron dari larutan, disebut elektroda inert. Sedangkan elektroda yang ikut beraksi selama elektrolisis disebut elektroda reaktif (Dogra, 1998).

Dalam elektrolisis, sumber aliran listrik digunakan untuk mendesak elektron agar mengalir dalam arah yang berlawanan dengan aliran spontan. Hubungan antara jumlah energi listrik dan perubahan kimia yang dihasilkan dalam elektrolisis dibahas dalam Hukum Faraday. Hukum Faraday pertama tentang elektrolisis, menyatakan bahwa “Jumlah perubahan kimia yang dihasilkan sebanding dengan besarnya muatan listrik yang melewati suatu elektrolisis”. Hukum kedua tentang elektrolisis menyatakan bahwa, “Sejumlah arus listrik tertentu menghasilkan jumlah ekuivalen yang sama dari benda apa saja dalam suatu elektrolisis”. Hal ini dijelaskan pada Hukum Faraday sebagai berikut

$$\text{massa gram} = \frac{e \cdot i \cdot t}{96500} \quad (2.5)$$

dengan

$e = M_r / \text{jumlah elektron yang terlibat (gram mol/ mol A s)}$

$i = \text{arus listrik (A)}$

$t = \text{waktu elektrolisis (s)}$

(Petrucci, 1985).

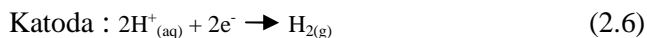
Penggunaan penting dari elektrolisis salah satunya dalam pemurnian logam. Contoh proses pemurnian logam adalah elektrolisis logam tembaga yang kurang murni. Misalnya, adanya arsen pada tembaga dapat menurunkan konduktivitas listrik, sehingga kurang cocok untuk dibuat kawat dan konduktor listrik. Tembaga yang tidak murni digunakan sebagai anoda dan lempeng dari tembaga murni

sebagai katoda. Selama elektrolisis, tembaga dipindah secara terus-menerus melalui larutan elektrolit dari anoda ke katoda. Emas dan perak biasanya ditemukan sebagai “pengoksidator” dalam tembaga.

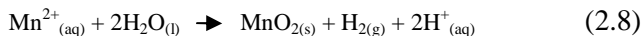
Logam-logam seperti emas dan perak kurang aktif dibanding tembaga, yaitu agak sulit teroksidasi. Logam-logam tersebut tidak masuk kedalam reaksi anoda, tapi mengendap pada dasar tangki elektrolisis yang dinamakan lumpur anoda. Nilai ekonomis dari lumpur anoda cukup untuk menutup biaya pemurnian tembaga secara elektrolisis.

Diantara benda-benda secara umum yang pengolahannya menggunakan elektrolisis adalah magnesium, aluminium, klorin, fluorin, hidrogen peroksida dan natrium hidroksida. Tidaklah berlebihan jika dikatakan bahwa industri modern pada umumnya tidak dapat berfungsi tanpa tersedianya reaksi-reaksi elektrolisis (Petrucci, 1985).

Pada elektrolisis ini, mangan terlebih dahulu dilarutkan dalam larutan asam sulfat dan asam oksalat. Sehingga didapatkan larutan Mn^{2+} . Larutan ini akan dielektrolisis hingga membentuk senyawa MnO_2 . Senyawa MnO_2 ini akan terpisah dengan reaksi seperti skema berikut



Reaksi total :



Endapan MnO_2 akan menempel pada anoda dan ikut bercampur dengan *slurry* dalam larutan setelah elektrolisis terjadi (Biswaal, 2015).

Dalam pengukuran analisis elektrokimia, dimana nilai tegangan diubah-ubah, arus yang dihasilkan akan berhubungan dengan konsentrasi analat. Pengukuran ini didapatkan dengan mengamati transfer elektron selama reaksi reduksi - oksidasi saat pengukuran dilakukan seperti reaksi berikut:



Dimana O dan R adalah bentuk oksidasi dan reduksi. Reaksi tersebut akan muncul pada daerah tegangan yang memungkinkan terjadinya transfer elektron secara termodinamis atau kinetis. Dalam sistem yang diatur dengan hukum termodinamika, tegangan dan konsentrasi permukaan larutan yang diukur akan memenuhi persamaan Nernst

$$E = E^O + \frac{2,3 RT}{nF} \log \frac{C_O(0,t)}{C_R(0,t)} \quad (2.10)$$

Dimana

E^O = potensial standar reaksi redoks

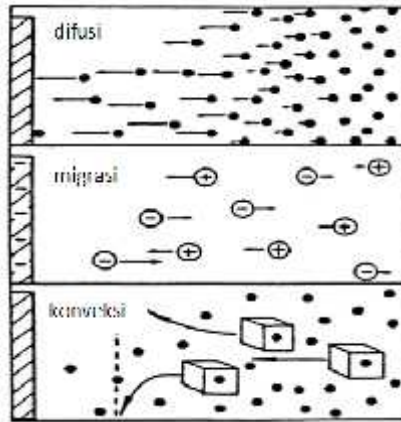
$R = 8,314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$

T = suhu (K)

n = jumlah transfer elektron

$F = 96487 \text{ Coulomb}$

Arus hasil dari perubahan bilangan oksidasi dalam pengukuran elektrokimia dikenal sebagai arus Faraday. Pada pengukuran elektrokimia, terjadi perpindahan massa (*mass transfer*). Perpindahan massa dibedakan menjadi tiga, yaitu difusi, konveksi, dan migrasi. Difusi adalah perpindahan spontan yang dipengaruhi gradien konsentrasi. Pergerakannya dari konsentrasi tinggi menuju konsentrasi rendah. Konveksi adalah perpindahan yang disebabkan oleh pergerakan fisik, seperti pengadukan. Migrasi adalah pergerakan dari partikel bermuatan sepanjang medan listrik. Ketiga transfer elektron ini diilustrasikan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Ilustrasi perpindahan massa (Wang, 2006)

Fluks (J) adalah besaran umum dari laju perpindahan massa pada satu titik spesifik. Ini dijelaskan sebagai jumlah molekul menuju sebuah luas dari bidang imajiner dalam satu waktu dan mempunyai satuan $\text{mol cm}^{-2} \text{s}^{-1}$. Fluks dijelaskan secara matematis sesuai dengan persamaan Nernst-Planck

$$J(x, t) = -D \frac{\partial C(x, t)}{\partial x} - \frac{zDFC}{RT} \frac{\partial \phi(x, t)}{\partial x} + C(x, t) V(x, t) \quad (2.11)$$

Dimana :

D = koefisien difusi ($\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$)

$\frac{\partial C(x, t)}{\partial x}$ = gradien konsentrasi (saat jarak x dan waktu t)

$\frac{\partial \phi(x, t)}{\partial x}$ = gradien potensial

z = muatan

C = konsentrasi

$V(x, t)$ = kecepatan hidrodinamis (dalam arah x)

Arus (i) langsung berhubungan dengan fluks. Secara matematis dirumuskan

$$i = -nFAJ \quad (2.12)$$

Jika dihubungkan dengan Hukum Satu Fick, hubungan antara fluks dan arus didapatkan

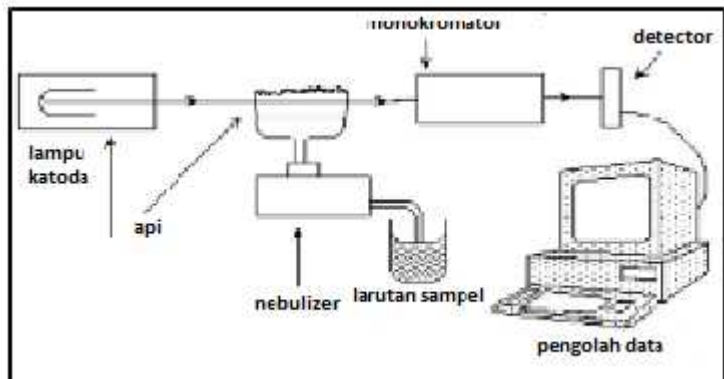
$$i = nFAD \frac{\partial C(x,t)}{\partial x} \quad (2.13)$$

Sehingga, arus berhubungan dengan gradien konsentrasi dari larutan. Perubahan gradien konsentrasi berpengaruh terhadap arus yang dihasilkan (Wang, 2006).

2.4 Atomic Absorption Spectrometry (AAS)

Atomic Absorption Spectrometry (AAS) atau dikenal pula sebagai Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah metode analisis berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom pada tingkat energi dasar atau *ground state*. Penyerapan tersebut menyebabkan elektron tereksitasi dalam kulit atom ke tingkat energi yang lebih tinggi. Keadaan ini bersifat labil sehingga elektron akan kembali ke tingkat energi dasar sambil mengeluarkan energi yang berbentuk radiasi. Dalam AAS, atom bebas berinteraksi dengan berbagai bentuk energi seperti kalor, energi elektromagnetik, energi kimia dan energi listrik. Interaksi ini menimbulkan proses absorpsi dan emisi (pancaran) radiasi dan panas pada atom bebas. Radiasi yang dipancarkan bersifat khas karena setiap atom bebas mempunyai karakteristik panjang gelombangnya masing - masing (Basset, 1994).

Analisis menggunakan AAS umumnya digunakan untuk menganalisis unsur asalkan katoda berongga yang diperlukan tersedia. Cara kerja AAS dapat dilihat seperti pada Gambar 2.3



Gambar 2.3. Skema kerja AAS

Sumber cahaya pada AAS adalah sumber cahaya dari lampu katoda (*hollow cathode lamp*) yang berasal dari elemen yang akan diukur. Kemudian dilewatkan ke dalam nyala api berisi sampel yang telah teratomisasi. Radiasi tersebut diteruskan ke detektor melalui monokromator. Atom dari suatu unsur pada keadaan dasar akan dikenai radiasi, maka atom tersebut akan menyerap energi dan mengakibatkan elektron pada kulit terluar naik ke tingkat energi yang lebih tinggi atau tereksitasi. Atom-atom dari sampel akan menyerap sebagian sinar yang dipancarkan oleh sumber cahaya. Penyerapan energi cahaya terjadi pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom tersebut (Basset, 1994).

Hubungan kuantitatif antara intensitas radiasi yang diserap dan konsentrasi unsur yang ada dalam larutan cuplikan menjadi dasar analisis unsur-unsur logam dalam AAS. Untuk membentuk uap atom netral dalam keadaan dasar dibutuhkan energi. Energi ini biasanya berasal dari nyala hasil pembakaran campuran gas asetilen-udara atau asetilen- N_2O , tergantung suhu yang dibutuhkan untuk membuat unsur analit menjadi uap atom bebas pada tingkat

energi dasar. Disini berlaku hukum Lambert-Beer yang menjadi dasar dalam analisis kuantitatif. Hubungan tersebut dirumuskan dalam persamaan sebagai berikut:

$$T = I_0/I \quad (2.14)$$

$$T = 10^{-abc} \quad (2.15)$$

$$\text{Log}(T) = -abc \quad (2.16)$$

$$\text{Log}(1/T) = abc \quad (2.17)$$

$$\text{Log}(1/T) = A \quad (2.18)$$

$$A = abc \quad (2.19)$$

dengan,

A = absorbansi

a = absorpsitivitas (L/mol.cm)

b = tebal lapisan yang mengabsorbsi (cm)

c = konsentrasi sampel (mol/L)

I₀ = intensitas sinar mula-mula (c/s)

I = intensitas sinar yang diteruskan (c/s)

T = Transmittans

(Day, 1986).

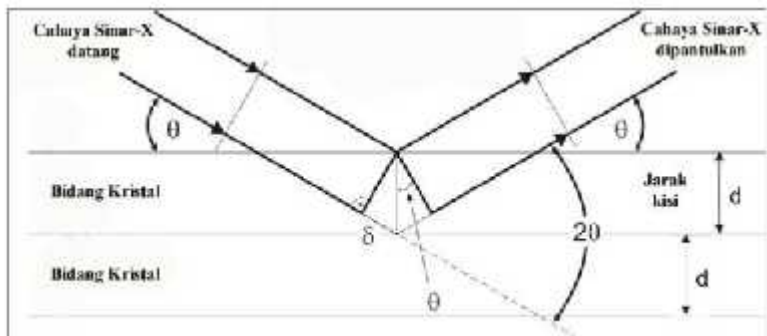
2.5 XRD (X-Ray Diffractometer)

Secara umum teknik difraksi sinar-X (XRD) digunakan untuk mengetahui kristalinitas dari suatu bahan seperti logam, keramik, polimer dan komposit, dalam arti apakah suatu material memiliki fasa amorf atau kristal. Untuk bahan kristal, teknik ini juga menghasilkan informasi tentang struktur kristal, berupa parameter kisi dan jenis struktur (Smallman dan Bishop, 2000).

Cara kerja XRD untuk karakterisasi, ketika bahan yang dikarakterisasi diberi sinar-X yang berasal dari sumber sinar maka sinar tersebut akan dipantulkan kembali oleh kisi materi, pantulan sinar tersebut kemudian diterima oleh detektor, jika sinar dipantulkan maka akan terdeteksi puncak tertentu. Pemantulan sudut datang sinar-X adalah spesifik dan

berhubungan langsung dengan kisi kristal dari materi yang dianalisis. Pola difraksi diplotkan berdasarkan intensitas puncak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi 2θ , dimana 2θ menyatakan sudut difraksi berdasarkan persamaan Bragg (Richardson, 1989).

Prinsip difraksi sinar-X yaitu cahaya monokromatik dari sinar-X diarahkan pada materi kristalin, sehingga mengalami pantulan (refleksi) atau difraksi pada sudut yang berbeda-beda terhadap sinar primer, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Difraksi radiasi sinar-X sesuai Hukum Bragg

Hubungan antara panjang gelombang sinar-X (λ), sudut difraksi (2θ), dan jarak tiap bidang atomik kisi kristal (d) dapat dijelaskan dengan Hukum Bragg berikut ini :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.20)$$

dengan :

n = orde (1,2,3,...)

λ = panjang gelombang sinar (\AA)

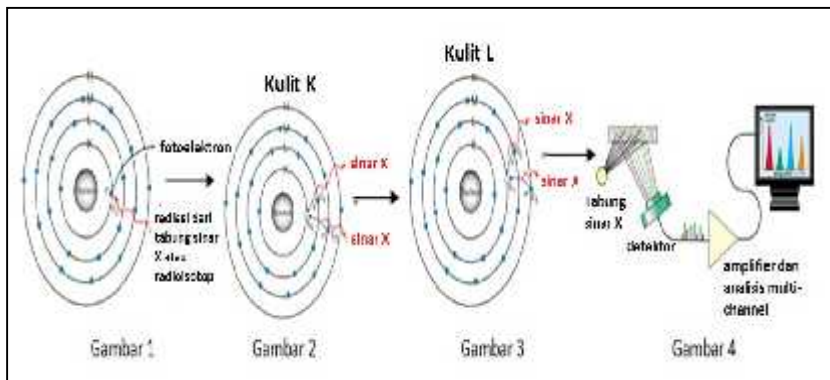
d = jarak antar bidang kisi kristal (\AA)

θ = setengah sudut deviasi difraksi sinar

Difraksi sinar-X digunakan untuk mendapatkan informasi mengenai struktur, komposisi dan keadaan polikristalin suatu materi. Difraksi sinar-X ini banyak diaplikasikan untuk identifikasi suatu senyawa (*unknown*) didasarkan pada puncak-puncak (*peak*) kristalin. Kristalinitas material hasil sintesis dapat diperkirakan melalui perbandingan jumlah intensitas relatif puncak material dengan jumlah intensitas relatif puncak standar (Rayalu dkk., 2005).

2.6 XRF (X-ray Fluorescence)

XRF spektrometer adalah suatu alat sinar x yang digunakan untuk analisis kimia batuan, mineral, sedimen dan padatan. XRF bekerja pada panjang gelombang-dispersif spektroskopi prinsip yang mirip dengan microprobe elektron (Fitton, 1997). Alat ini dapat menganalisis unsur baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Tetapi, kelemahannya adalah XRF tidak dapat mengetahui senyawa dan struktur apa yang dibentuk dalam material dan tidak dapat menganalisis unsur dibawah nomor atom 10 (Nurhayati, 2008). Mekanisme XRF dapat diperlihatkan seperti Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Skema kerja XRF

Adanya tarikan elektron menuju inti menyebabkan sinar yang mengenai elektron pada kulit K akan terpental keluar, sehingga elektron pada kulit L dan M akan mengisi kulit K. Setiap atom memiliki garis spektra sinar X yang memungkinkan transisi partikel akan terjadi, garis spektra sinar X setiap atom terdiri dari deretan energi yang terpisah (Fitton, 1997).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan kaca seperti gelas beker, botol timbang, botol vial, erlenmeyer, corong, kaca arloji, dan labu ukur. Selain itu digunakan peralatan untuk refluks yakni *hotplate*, penangas air, labu leher tiga, kondensor, penjepit statip, pompa air, pengaduk magnetik, dan termometer. Sedangkan untuk elektrolisis, dibutuhkan alat – alat seperti elektroda grafit, potensiostat, dan penjepit buaya. Serta digunakan pula alat – alat untuk analisis, diantaranya kertas saring, neraca analitik, X-Ray Fluorescence (XRF) PANanalytical Type Munipal 4, Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) Shimadzu AA 6800, dan X-Ray Diffractometer (XRD) X'PERT PROPAnalytical. Adapun alat lainnya yang digunakan adalah oven, *furnace*, dan desikator.

3.1.2 Bahan

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain padatan MnSO_4 , pasta baterai sel kering seng-karbon bekas, asam sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M, asam oksalat 0,8M, dan *aqua DM*.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Preparasi Pasta Baterai

Pasta baterai sel kering dipanaskan dalam oven 110°C selama 60 menit. Setelah itu, didinginkan dalam desikator hingga berat limbah baterai stabil.

Untuk menghitung kadar abu dalam pasta baterai, diambil pasta baterai sebanyak 1.000 mg dan diletakkan ke krusibel yang telah diketahui berat kosongnya. Krusibel dimasukkan ke dalam *furnace* selama 60 menit pada suhu

900°C untuk menghitung kadar abu pasta baterai kemudian dimasukkan ke desikator hingga berat stabil dan ditimbang.

3.2.2 Preparasi Larutan Standar MnSO_4 untuk Uji AAS

Pada pembuatan larutan standar AAS, dibuat terlebih dahulu larutan standar MnSO_4 1.000 ppm sebagai larutan *stock*. Padatan MnSO_4 274,54 mg dimasukkan ke dalam gelas beker untuk dicampurkan dengan aqua DM hingga larut. Setelah dicampur, larutan dituang dan ditambahkan aqua DM ke labu ukur 100 mL hingga tanda batas. Dilarutkan hingga terbentuk larutan standar MnSO_4 konsentrasi 1.000 ppm. Dari larutan standar MnSO_4 1.000 ppm, dilakukan pengenceran bertingkat hingga terbentuk larutan standar MnSO_4 konsentrasi 10, 20, 30, 40, 50, dan 100 ppm.

Pembuatan larutan standar MnSO_4 100 ppm dilakukan dengan pengenceran dari larutan MnSO_4 konsentrasi 1.000 ppm. Diambil larutan MnSO_4 1.000 ppm dengan pipet ukur sebanyak 10 mL, lalu dimasukkan ke labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar MnSO_4 50 ppm dilakukan dengan pengenceran dari larutan standar Mn konsentrasi 100 ppm. Diambil larutan standar MnSO_4 100 ppm dengan pipet ukur sebanyak 50 mL, lalu dimasukkan ke labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar MnSO_4 40 ppm dilakukan dengan pengenceran dari larutan standar Mn konsentrasi 50 ppm. Diambil larutan standar MnSO_4 50 ppm dengan pipet ukur sebanyak 80 mL, lalu dimasukkan ke labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar MnSO_4 30 ppm dilakukan dengan pengenceran dari larutan standar Mn konsentrasi 40 ppm. Diambil larutan standar MnSO_4 40 ppm dengan pipet ukur sebanyak 75 mL, lalu dimasukkan ke labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar MnSO_4 20 ppm dilakukan dengan pengenceran dari larutan standar Mn konsentrasi 30 ppm. Diambil larutan standar MnSO_4 30 ppm dengan pipet ukur sebanyak 66,7 mL, lalu dimasukkan ke labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar MnSO_4 10 ppm dilakukan dengan pengenceran dari larutan standar Mn konsentrasi 20 ppm. Diambil larutan standar MnSO_4 20 ppm dengan pipet ukur sebanyak 50 mL, lalu dimasukkan ke labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.2.3 Pembuatan Larutan Asam Sulfat (H_2SO_4)

Larutan asam sulfat (H_2SO_4) 1 M, 2 M, dan 4 M digunakan sebagai pelarut dalam proses pelindihan. Larutan H_2SO_4 4 M dibuat dari pengenceran larutan H_2SO_4 98% dengan massa jenis 1,84 gram / mL. Larutan H_2SO_4 98% diambil 106,50 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL yang terisi dengan sedikit aqua DM. Setelah dimasukkan, labu ukur ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

Pembuatan larutan H_2SO_4 2 M dilakukan dengan pengenceran dari larutan H_2SO_4 konsentrasi 4 M. Diambil larutan H_2SO_4 4 M dengan pipet ukur sebanyak 125 mL, lalu dimasukkan ke labu ukur 250 mL. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan H_2SO_4 1 M dilakukan dengan pengenceran dari larutan H_2SO_4 konsentrasi 2 M. Diambil larutan H_2SO_4 2 M dengan pipet ukur sebanyak 125 mL, lalu

dimasukkan ke labu ukur 250 mL. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.2.4 Pembuatan Larutan Asam Oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0,8 M

Asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0,8 M dibuat dari padatan asam oksalat. Padatan diambil sebesar 10,08 gram lalu dilarutkan dengan sedikit aqua DM hingga larut. Larutan tersebut dimasukkan ke labu ukur 100 mL dan ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.5 Proses Pelindihan

Pelindihan yang dilakukan pada penelitian ini mempunyai variabel waktu dan konsentrasi. Variabel waktu yang digunakan adalah 20, 40, dan 60 menit. sedangkan variabel konsentrasi pada penelitian ini adalah larutan asam sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M. Adapun variabel tetap pada penelitian ini adalah kecepatan pengadukan 300 rpm, suhu sebesar 70°C dan reduktor asam oksalat sebesar 0,8 M.

Larutan sampel dibuat dengan pencampuran 1.000 mg pasta baterai sel kering, 50 mL asam sulfat 1 M, dan 5 mL asam oksalat 0,8 M. Larutan dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang telah siap untuk melakukan proses pelindihan. Variasi pelindihan dilakukan selama 20, 40, dan 60 menit dengan suhu 70°C dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik sebesar 300 rpm. Larutan hasil pelindihan disaring menggunakan kertas saring dan ditampung.

Larutan sampel dibuat dengan pencampuran 1.000 mg pasta baterai sel kering, 50 mL asam sulfat 2 M, dan 5 mL asam oksalat 0,8 M. Larutan dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang telah siap untuk melakukan proses pelindihan. Variasi pelindihan dilakukan selama 20, 40, dan 60 menit dengan suhu 70°C dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik sebesar 300 rpm. Larutan hasil pelindihan disaring menggunakan kertas saring dan ditampung.

Larutan sampel dibuat dengan pencampuran 1.000 mg pasta baterai sel kering, 50 mL asam sulfat 4 M, dan 5 mL asam oksalat 0,8 M. Larutan dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang telah siap untuk melakukan proses pelindihan. Variasi pelindihan dilakukan selama 20, 40, dan 60 menit dengan suhu 70°C dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik sebesar 300 rpm. Larutan hasil pelindihan disaring menggunakan kertas saring dan ditampung.

Setelah pelindihan dilakukan, filtrat ditampung dan dicatat volumenya. Filtrat diencerkan hingga 10 kali dengan cara mengambil 10 mL filtrat lalu diencerkan menggunakan labu ukur 100 mL. Filtrat pengenceran 10 kali diencerkan kembali dengan cara yang sama untuk membuat larutan filtrat dengan faktor pengenceran (fp) 100 kali. Filtrat dengan fp 100 kali ini akan digunakan dalam analisis AAS sedangkan larutan dengan fp 10 diambil 50 mL untuk proses elektrolisis.

3.2.6 Elektrolisis Filtrat Hasil Pelindihan

Elektroda karbon dibersihkan terlebih dahulu menggunakan ampelas secukupnya sebelum digunakan elektrolisis. Filtrat hasil pelindihan yang telah diencerkan 10 kali diambil sebanyak 50 mL dielektrolisis menggunakan elektroda grafit dengan tegangan 1,0 V, 3,0 V, dan 5,0 V dengan variasi waktu 20, 40, dan 60 menit. Elektroda dipanaskan dalam oven pada suhu 110°C selama 60 menit. Kemudian, elektroda dimasukkan ke dalam desikator hingga dingin sehingga dapat digunakan elektrolisis kembali.

Larutan hasil elektrolisis disaring dengan kertas saring, dihasilkan endapan dan filtrat. Endapan akan dilakukan karakterisasi XRD untuk mengetahui senyawa yang ada dalam endapan.

3.3 Karakterisasi XRD

Endapan pada proses elektrolisis akan diuji XRD untuk mengetahui senyawa yang terbentuk. Endapan yang terbentuk saat elektrolisis ada di dasar larutan.

Untuk menguji endapan dalam larutan hasil elektrolisis, larutan disaring. Kemudian dicuci menggunakan *aqua* DM dan dipanaskan dalam oven dengan suhu 110°C selama 60 menit. Endapan didinginkan lalu dikarakterisasi XRD.

BAB IV

PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Sampel

Pada penelitian ini, dilakukan beberapa perlakuan yang dimulai dari preparasi sampel, pelindihan pasta baterai, elektrolisis, dan analisis AAS. Bahan – bahan yang digunakan dalam preparasi dan penelitian ini adalah pasta baterai sel kering, larutan standar Mn, larutan asam sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M, dan larutan asam oksalat 0,8 M.



Gambar 4.1. Pasta Baterai

Jenis baterai yang digunakan adalah baterai seng-karbon bekas. Pasta baterai seng-karbon bekas memiliki mangan dioksida paling banyak (Sobianowska – Turek, 2016). Pertama, kulit baterai dibuka dan dipisahkan pastanya dari komponen – komponen baterai lainnya seperti kulit baterai, elektroda karbon, kertas, dan plastik. Pasta baterai berbentuk padatan berwarna hitam seperti Gambar 4.1. Kemudian pasta baterai dikumpulkan menjadi satu dan dipanaskan dalam oven dengan suhu 110°C selama 1 jam. Setelah dipanaskan dalam oven, pasta baterai dimasukkan ke desikator.

Pasta selanjutnya diuji XRF (X-Ray Fluorescence) pasta baterai. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui senyawa - senyawa dalam baterai. XRF diuji menggunakan

alat XRF (X-Ray Fluorescence). Didapatkan hasil pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Komposisi Senyawa – Senyawa Dalam Pasta Baterai

Senyawa	Prosentase (%)
MnO	60,82
ZnO	24,20
Cl	11,40
NiO	0,90
Lainnya	2,68

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa pada pasta baterai mengandung senyawa – senyawa oksida, diantaranya adalah mangan oksida, seng oksida, klorin, nikel oksida, dan senyawa lainnya. Kandungan senyawa oksida terbanyak dalam pasta baterai adalah MnO sebesar 60,82%. Tabel tersebut menunjukkan banyaknya kandungan mangan (Mn) dalam baterai, sehingga ini dapat diolah kembali mengingat Mn mempunyai aplikasi yang cukup luas.

Perlakuan selanjutnya adalah pengujian kadar abu. Pengujian ini dilakukan dengan cara pemanasan langsung di furnace. Suhu pengujian kadar air adalah 900°C selama 60 menit.

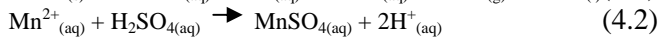
Krusibel yang telah diketahui berat kosongnya yakni 45,36 gram diisi pasta baterai sebanyak 1 gram. Setelah dipanaskan di furnace, dimasukkan ke desikator dan ditimbang bersama dengan krusibelnya. Didapatkan berat total sampel dan krusibel sebesar 45,90 gram, lalu dikurangi dengan berat kosong krusibel. Dari pengurangan tersebut didapatkan berat sebesar 0,54 gram. Dengan demikian kadar abu yang diperoleh adalah 54%.

Proses pelindihan sumber mangan, digunakan asam sulfat menggunakan variasi konsentrasi 1 M, 2 M, dan 4 M

dan variasi waktu pelindihan 20 menit, 40 menit, dan 60 menit. Sedangkan variabel yang dijaga tetap adalah konsentrasi reduktor asam oksalat 0,8 M, suhu pelindihan 70°C dan kecepatan pengadukan 300 rpm. Pada literatur lain, dijelaskan bahwa mangan tidak mudah larut dalam asam, maka dibutuhkan agen reduktor seperti asam oksalat (Trifoni et al., 2000).

4.2. Pelindihan

Mangan dioksida (MnO_2) tidak mudah larut dalam asam. Sehingga dibutuhkan reduktor untuk membuatnya larut dalam asam. Maka digunakan asam sulfat sebagai pelarut dan asam oksalat sebagai reduktor. Adapun reaksi yang terjadi pada MnO_2 dalam pasta baterai dapat dijelaskan pada persamaan (4.1) dan (4.2).



Pelindihan pasta baterai dengan asam bertujuan untuk melarutkan unsur Mn dari sampel. Analisis kadar unsur Mn hasil pelindihan dianalisis menggunakan instrumen AAS.

Pasta baterai yang telah dipreparasi diambil sebanyak 1 gram. Pasta baterai berupa padatan berwarna hitam. Dimasukkan asam sulfat dengan konsentrasi 1 M sebanyak 50 mL ke labu leher tiga kemudian ditambahkan asam oksalat dengan konsentrasi 0,8 M sebanyak 5 mL. Asam oksalat dan asam sulfat merupakan cairan tidak berwarna dan bening. Asam oksalat dihasilkan dari padatan oksalat berwarna putih. Setelah itu, campuran pasta baterai, asam sulfat, dan asam oksalat dipanaskan di atas *hot plate* hingga suhu 70°C dengan kecepatan pengadukan pengaduk magnetik 300 rpm. Dilakukan proses refluks selama 20 menit. Untuk variasi lainnya, diperlakukan dengan cara yang sama.

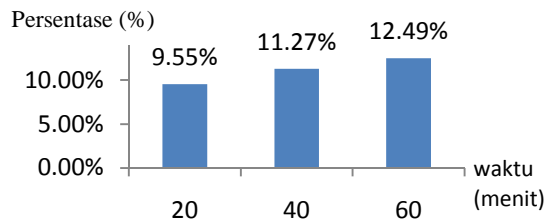
Kemudian campuran proses refluks disaring menggunakan kertas saring. Larutan hasil peindihan ditampung untuk digunakan pada proses elektrolisis dan analisis AAS. Untuk analisis AAS, larutan diencerkan hingga 100 kali agar dapat terbaca dan konsentrasi larutan masuk dalam kurva standar Mn. Larutan untuk proses elektrolisis diencerkan 10 kali karena jika larutan diencerkan lebih dari 10 kali, maka tidak terjadi reaksi elektrolisis.

Analisis dengan instrumen AAS menggunakan larutan standar Mn berkonsentrasi 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm. Setelah semua variasi konsentrasi dan waktu pelindihan dilakukan, semua filtrat diencerkan hingga 100 kali. Hasil pengenceran tersebut dianalisis menggunakan instrumen AAS. Dari pengukuran AAS, didapatkan hasil yang ditinjau dari perubahan waktu pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.2 dan ditinjau dari perubahan konsentrasi seperti pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.3.

Tabel 4.2 dan Gambar 4.2 dilakukan dengan cara meninjau pengaruh waktu terhadap satu variabel konsentrasi. Konsentrasi asam sulfat yang digunakan adalah 2 M dengan variasi waktu 20, 40, dan 60 menit didapatkan hasil pelindihan Mn berturut – turut adalah 9,88 %, 12,49% dan 15,89%. Sedangkan pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.3 adalah hasil dari pengaruh perubahan asam sulfat dengan konsentrasi 1 M, 2 M, dan 4 M pada satu variabel waktu. Hasil yang didapatkan secara berturut – turut adalah 9,88 %, 12,49% dan 15,89%. Hal ini disebabkan karena penambahan asam sulfat dapat meningkatkan laju kecepatan reaksi dan laju difusi H^+ (Sumardi, 2013). Semakin besar konsentrasi asam sulfat, maka semakin banyak Mn terlindih dalam larutan asam sulfat. Peningkatan nilai persen Mn terlindih juga bertambah sejalan dengan lamanya waktu yang dilakukan.

Tabel 4.2. Hasil Analisis AAS Filtrat Pelindihan Pasta Baterai Ditinjau Dari Perubahan Waktu

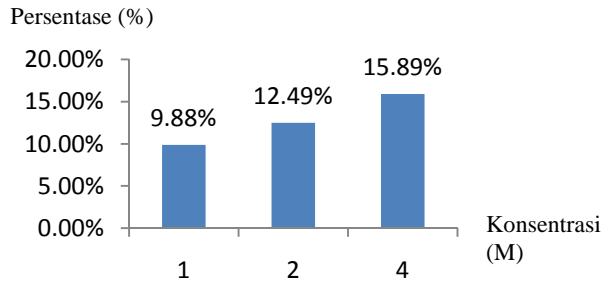
Variasi Konsentrasi (M)	Waktu (menit)	Konsentrasi (mg)	% Pelindihan
2	20	95,53	9,55%
	40	112,70	11,27%
	60	124,93	12,49%



Gambar 4.2. Grafik Persentase Filtrat Pelindihan Pasta Baterai Dengan Variasi Asam Sulfat 2 Dengan Waktu pelindihan 20, 40, dan 60 menit

Tabel 4.3. Hasil Analisis AAS Filtrat Pelindihan Pasta Baterai Yang Ditinjau Dari Perubahan Konsentrasi Asam Sulfat Selama 60 Menit

Variasi Konsentrasi (M)	Konsentrasi (mg)	% Pelindihan
1	98.77	9.88%
2	124.93	12.49%
4	158.90	15.89%

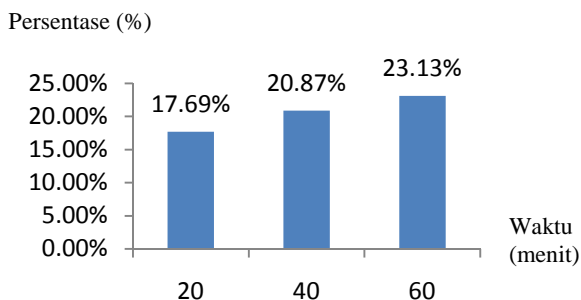


Gambar 4.3. Persentase Filtrat Pelindihan Pasta Baterai Dengan Variasi Asam Sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M Dengan Waktu pelindihan 60 menit

Jika ditinjau lagi dari kadar abu pasta baterai, hasil pelindihan ini dapat meningkat cukup besar. Pada perhitungan kadar abu, jumlah karbon dalam pasta baterai sebesar 46%, maka kandungan logam dalam pasta baterai sebesar 54%. Setelah meninjau kadar abu dari pasta baterai, hasil pelindihan Mn didapatkan seperti pada Tabel 4.4 dan Gambar 4.4 untuk asam sulfat 2 M dengan variasi waktu 20, 40, dan 60 menit dan Tabel 4.5 dan Gambar 4.5 untuk variasi konsentrasi asam sulfat dengan waktu 60 menit.

Tabel 4.4. Hasil Perhitungan Prosentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Waktu

Variasi Konsentrasi (M)	Waktu (menit)	Konsentrasi (mg)	% Pelindihan
2	20	95,53	17,69%
	40	112,70	20,87%
	60	124,93	23,13%

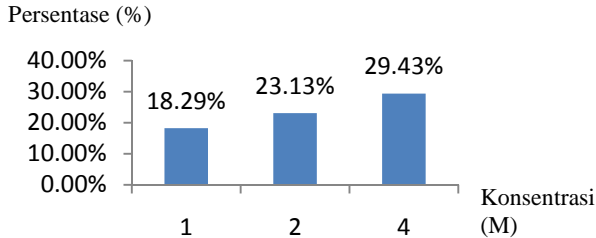


Gambar 4.4. Grafik Hasil Perhitungan Persentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Waktu

Dapat dilihat dari Tabel 4.4, Tabel 4.5, Gambar 4.4, dan Gambar 4.5 setelah diberi perhitungan kadar abu, maka hasil pelindihan Mn dengan asam sulfat meningkat sekitar 2 kali lipat. Perhitungan ini diasumsikan jika sampel yang telah dihilangkan kadar abu mengandung senyawa – senyawa murni hasil analisis XRF seperti pada Tabel 4.1.

Tabel 4.5. Hasil Perhitungan Prosentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Konsentrasi Asam Sulfat Selama 60 Menit

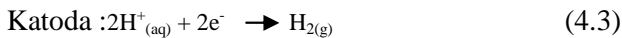
Variasi Konsentrasi (M)	Konsentrasi (mg)	% Pelindihan
1	98,77	18,29%
2	124,93	23,13%
4	158,90	29,43%



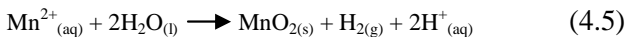
Gambar 4.5. Grafik Hasil Perhitungan Persentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Konsentrasi Asam Sulfat

4.3 Elektrolisis

Setelah larutan disaring, hasilnya adalah larutan hasil pelindihan dan endapan. Larutan ini akan dielektrolisis dengan tujuan untuk mendapatkan kembali MnO_2 dalam larutan. Elektrolisis dilakukan menggunakan elektroda karbon pada katoda dan anoda dengan tegangan 1,0 ; 3,0 ; dan 5,0 V dan variasi waktu 20, 40, dan 60 menit. Reaksi pada elektrolisis Mn sebagai berikut



Reaksi total :



(Biswaal, 2016).

Elektrolisis dimulai dengan difusi ion Mn^{2+} menuju ke permukaan anoda, sehingga Mn^{2+} teroksidasi menjadi ion Mn^{3+} . Dalam kasus lain seperti pada keadaan asam kuat, ion Mn^{3+} akan berubah menjadi ion Mn^{4+} yang langsung berubah menjadi MnO_2 (Biswaal, 2016).

Elektrolisis dilakukan dengan tegangan 1, 3, dan 5 Volt. Pada tegangan 1 Volt, arus listrik yang terukur pada *power supply* adalah mendekati 0 Ampere. Setelah

elektrolisis dilakukan, adanya perubahan pada larutan berupa perubahan warna dari tidak berwarna menjadi merah muda tetapi tidak ada pembentukan endapan seperti pada Gambar 4.6, sehingga pada tegangan 1 Volt *slime* masih belum terbentuk.



Gambar 4.6. Larutan Hasil Elektrolisis Dengan Tegangan 1 Volt

Mengacu pada Anoda yang dapat diamati sejak menit pertama, dimana terjadi perubahan warna dari larutan di sekitar anoda seperti Gambar 4.7 (a). Warna awal sebelum dielektrolisis adalah tak berwarna dan bening. Saat elektrolisis, disekitar anoda terjadi perubahan warna menjadi merah muda. Perubahan warna ini menunjukkan bahwa perubahan bentuk Mn^{2+} menjadi Mn^{4+} yang ditandai dengan perubahan warna seluruh larutan menjadi hitam seperti Gambar 4.7 (b).



(a)



(b)

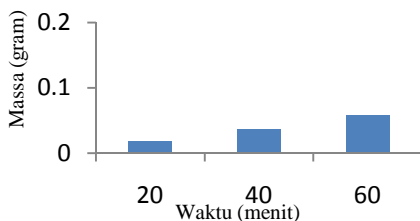
Gambar 4.7. (a) Saat Elektrolisis Berlangsung. (b) Setelah Elektrolisis

Perubahan yang terjadi adalah oksidasi Mn^{2+} menjadi Mn^{3+} dan diakhiri dengan hasil Mn^{4+} yang merupakan endapan hitam yang disebut *anodic slime* (Biswaal, 2015).

Slime didapatkan pada tegangan 3 dan 5 Volt seperti pada Tabel 4.6 dan 4.7 dan Gambar 4.8 dan 4.9. Dapat dilihat dari Tabel 4.6 dan 4.7 ada perbedaan pada tegangan 3 Volt dan 5 Volt. Endapan pada tegangan 5 Volt lebih banyak dihasilkan daripada 3 Volt. Selama elektrolisis berlangsung, tercatat arus listrik pula di *power supply*. Arus listrik yang dihasilkan pada tegangan 3 Volt adalah 0,3 Ampere. Sedangkan pada tegangan 5 Volt, tercatat arus listrik sebesar 1,5 Ampere. Perbedaan banyaknya *slime* disebabkan karena faktor arus listrik. Dalam Persamaan (2.5), arus listrik mempunyai pengaruh dalam pembentukan endapan saat elektrolisis berlangsung. Dari pengamatan pada *power supply*, arus listrik yang dihasilkan pada tegangan 5 Volt lebih besar 1,2 Ampere daripada pada tegangan 3 Volt.

Tabel 4.6. Massa *Slurry* Saat Elektrolisis Bertegangan 3 Volt

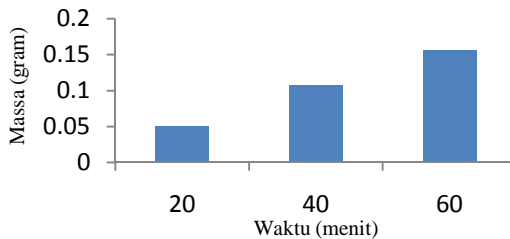
Waktu (menit)	Massa (gram)
20	0,0185
40	0,0358
60	0,0573



Gambar 4.8. Diagram Endapan Elektrolisis Dengan Tegangan 3 Volt

Tabel 4.7. Massa *Slurry* Saat Elektrolisis Bertegangan 5 Volt

Waktu (menit)	Massa (gram)
20	0,0509
40	0,1078
60	0,1559

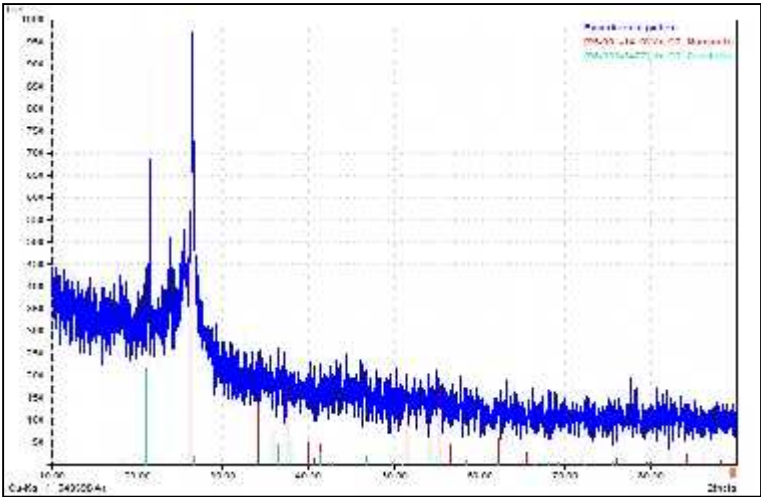


Gambar 4.9. Diagram Endapan Elektrolisis Dengan Tegangan 5 Volt

Setelah didapatkan *slurry*, dilakukan penyaringan dengan kertas saring. Setelah *slurry* dan larutan terpisah, *slurry* dicuci menggunakan aqua DM dan dimasukkan ke oven untuk dipanaskan dengan suhu 110°C selama 1 jam lalu dimasukkan ke dalam desikator hingga berat stabil. Selanjutnya *slurry* dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui hasil senyawanya. Diperoleh difraktogram seperti pada Gambar 4.10.

Hasil yang didapat ditunjukkan dengan Gambar 4.10 untuk *slurry* dengan warna biru. Puncak merah dibawah difraktogram menunjukkan standar MnO_2 dalam mineral manganite dan hijau muda untuk mineral groutelite. Dari pencocokan dengan puncak – puncak berwarna merah dibawah, terdapat banyak puncak yang masuk dalam standar.

Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa MnO_2 terpisahkan secara elektrolisis.

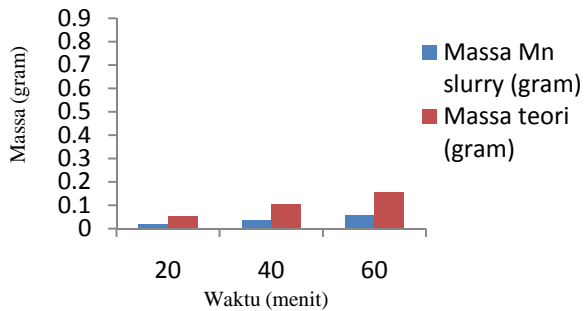


Gambar 4.10. Hasil Karakterisasi XRD *Anodic Slime*

Difraktogram XRD *anodic slime* menunjukkan senyawa yang terbentuk adalah MnO_2 , maka massa Mn pada MnO_2 dapat dihitung secara stoikiometri. Massa Mn *anodic slime* dan massa teori elektrolisis Mn dapat dibandingkan dan didapatkan hasil seperti Tabel 4.8 dan Tabel 4.9 dan Gambar 4.11 dan Gambar 4.12.

Tabel 4.8. Perbandingan Massa Mn *Slurry* Dan Massa Teori Elektrolisis Dengan Tegangan 3 Volt

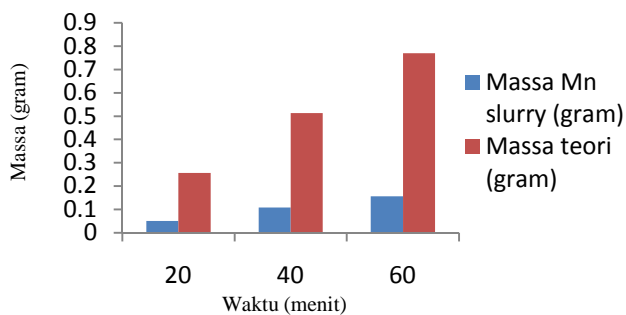
Waktu (menit)	Massa Mn <i>slurry</i> (gram)	Massa teori (gram)
20	0,0124	0,1026
40	0,0240	0,2052
60	0,0384	0,3078



Gambar 4.11. Diagram Massa Mn *Slurry* Dan Massa Meori Elektrolisis Dengan Tegangan 3 Volt

Tabel 4.9. Perbandingan Massa *Slurry* Dan Massa Teori Elektrolisis Dengan Tegangan 5 Volt

Waktu (menit)	Massa Mn <i>slurry</i> (gram)	Massa teori (gram)
20	0,0341	0,5129
40	0,0723	1,0256
60	0,1045	1,5389



Gambar 4.12. Diagram Massa *Slurry* Dan Massa Teori Elektrolisis Dengan Tegangan 5 Volt

Dari Tabel 4.8 dan Tabel 4.9 dan Gambar 4.10 dan Gambar 4.11, dilihat bahwa adanya perbedaan antara massa teori dan massa *slurry*. Perbedaan ini disebabkan karena beberapa faktor, salah satunya resistensi pada larutan. Pada saat elektrolisis, arus yang dihasilkan pada skala *power supply* adalah 0,3 Ampere untuk tegangan 3 Volt, dan 1,5 Ampere untuk tegangan 5 Volt. Pengaruh resistansi sangat tinggi sehingga menyebabkan daya hantar listrik menjadi berkurang. Oleh karena itu, perbedaan massa *slurry* dan massa teori yang didapatkan berbeda.

Semakin besar tegangan dan waktu elektrolisis, maka semakin besar endapan yang dihasilkan. Ini menunjukkan bahwa Mn^{2+} teroksidasi menjadi Mn^{4+} dalam proses elektrolisis, sehingga Mn^{4+} dapat dipisahkan dengan metode elektrolisis dalam bentuk senyawa MnO_2 .

BAB V

KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan dalam pemisahan MnO_2 dari limbah baterai dapat dilakukan dengan cara pelindihan (*leaching*) terlebih dahulu. Pelindihan ini menggunakan asam sulfat dengan variasi konsentrasi 1 M, 2 M, dan 4 M dan variasi waktu 20 menit, 40 menit, dan 60 menit. Analisis kadar Mn dapat dilakukan dengan cara analisis Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). Hasil optimal pelindihan ini diperoleh pada saat konsentrasi asam sulfat 2 M dengan waktu 20, 40, dan 60 menit berturut – turut sebesar 17,69 %, 20,87 %, dan 23,13 % dan dengan waktu 60 menit dengan konsentrasi asam sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M berturut – turut sebesar 18,29%, 23,13%, dan 29,43%. Sehingga pada saat pelindihan menggunakan asam sulfat berkonsentrasi 4 M selama 60 menit merupakan hasil terbesar yang didapatkan pada pelindihan Mn.

Saat proses elektrolisis berlangsung, pada tegangan 3 Volt dan 5 Volt didapatkan endapan sedangkan pada tegangan 1 Volt tidak ada endapan yang dihasilkan. Endapan yang dihasilkan pada tegangan 3 Volt selama 20, 40, dan 60 menit berturut – turut adalah 0,0185 ; 0,0358 ; 0,0573 gram. Sedangkan pada tegangan 5 Volt selama 20, 40, dan 60 menit dihasilkan endapan berturut - turut adalah 0,0509 ; 0,1078 ; 0,1559 gram. Saat proses elektrolisis, semakin besar tegangan maka dihasilkan *slurry* lebih banyak *Slurry* tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD. Karakterisasi XRD menunjukkan bahwa *slurry* tersebut berupa senyawa manganite dan groutellite. Sehingga mangan dioksida (MnO_2) dapat dipisahkan dengan cara elektrolisis dan

didapatkan *slurry* terbesar pada tegangan 5 V selama 60 menit.

5.2 Saran

Saran yang diberikan oleh penulis adalah perlu pencarian konsentrasi, waktu, tegangan dan waktu maksimum pelindihan dan pemisahan MnO_2 . Sehingga didapatkan hasil yang optimal. Selain itu, perlu pengujian konduktivitas larutan (resistensi) untuk mengetahui nilai konduktivitas larutan dan pada saat elektrolisis ditambahkan *supporting electrolyte* untuk mengurangi resistansi pada larutan.

DAFTAR PUSTAKA

- Ansori, C. 2010. *Potensi dan Genesis Mangan Di Kawasan Kars Gembong Selatan Berdasarkan Penelitian Geologi Lapangan, Analisis Data Induksi Polarisasi dan Kimia Mineral*. Buletin Sumber Daya Geologi. 5, 2.
- Anshory, I. 1984. *Kimia*. Bandung : Ganesha Exact.
- Arsyad, M. N. 1997. *Kamus Kimia Arti dan Penjelasan Istilah*. Jakarta : Gramedia.
- BAPEDAL. 2003. *Aspek Lingkungan dalam AMDAL Bidang Pertambangan*. Jakarta : BAPEDAL.
- Basset, J. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Bird, T. 1993. *Kimia Fisik untuk Universitas*. Jakarta : Gramedia.
- Biswaal, A., Tripathy, B.C., Sanjay, K., Subbaiah, T., Minakshi, M. 2015. *Electrolytic Manganese Dioxide (EMD): A Perspective On Worldwide Production, Reserves And Its Role In Electrochemistry*. Review. 5, 58255 – 58283.
- Cheng, Z., Zhu, G., Zhao, Y. 2009. *Study in Reduction-Roast Leaching Manganese From Low-Grade Manganese Dioxide Ores Using Cornstalk as Reductant*. Hydrometallurgy. 96, 176 – 179.
- Das, S.C., Sahoo, P.K., Rao, P.K. 1982. *Extraction of Manganese Ores by Ferrous Sulfate Leaching*. Hydrometallurgy. 8 (I), 35-47.
- Day, R.A. dan Underwood, A.L. 1986. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga.
- Dogra, S., Dogra, K. 1998. *Kimia Fisika*. Jakarta : Universitas Indonesia.

- Fifield, F., Haines, P.J., 2000. *Environmental Analytical Chemistry 2nd Edition*. London : Blackwell Science Ltd.
- Fitton, G. 1997. *X-Ray fluorescence spectrometry*, in Gill, R.(ed.), *Modern Analytical Geochemistry : An Introduction to Quantitative Chemical Analysis for Earth*. Boston : Addison Wesley Longman.
- Keenan, C.W. 1984. *Kimia untuk Universitas*. Jakarta : Erlangga.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : Universitas Indonesia.
- Kounaves, S.P. 1997. *Voltammetric Techniques*. Medford : Tufts University.
- Lehninger, A.L. 1984. *Dasar-Dasar Biokimia*. Jakarta : Erlangga.
- Linden, D. 1994. *Handbook of Batteries*. New York City : McGraw Hill.
- Lister, E.C. 1993. *Mesin dan Rangkaian Listrik*. Jakarta : Erlangga.
- Material Safety Data Sheet. 2003. *Manganese Sulfate*. Houston : sciencelab.com.
- Nurhayati. 2008. *Reaksi Katalis Oksidasi*. Jakarta : FMIPA-UI.
- Oktiawan, W., Krisbiantoro. 2007. *Efektivitas Penurunan Fe^{2+} Dengan Unit Saringan Pasir Cepat Media Pasir Aktif*. Semarang : FT-TL Universitas Diponegoro.
- Petrucci, R.H. 1985. *Kimia untuk Universitas Terapan Modern Jilid 2*. Jakarta : Erlangga.
- Rayalu, S.S., Udhoji, J.S., Meshram, S.U. 2005. *Estimation of Chrystallinity in flyash-based*

- Zeolite-A using XRD and IR Spectroscopy. Current Science.* 89, 2147-2151.
- Said, N.I. 2003. *Metode Praktis Penghilangan Zat Besi Dan Mangan Di Dalam Air Minum.* Jakarta : Kelair – BPPT.
- Skoog, D.A., Holler, F.J., Nieman, T.A. 1998. *Principles of Instrumental Analysis, 5th edition.* Philadelphia : Saunders College Publishing.
- Smallman, R.E., Bishop, R.J. 1991. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material. Edisi keenam Terj. Sriati Djaprie.* Jakarta : Erlangga.
- Sobianowska-Turek, A., Szczepaniak, W., Maciejewski, P. Gawlik-Kobylnska, M. 2016. *Recovery Of Zinc And Manganese, And Other Metals (Fe, Cu, Ni, Co, Cd, Cr, Na, K) From Zn-MnO₂ and Zn-C Waste Batteries : Hydroxyl And Carbonate Co-Precipitation From Solution After Reducing Acidic Leaching With Use Of Oxalic Acid.* Journal of Power Resources. 325, 220-228.
- Sudarsono, K. 1987. *Proses Fabrikasi Zirkonium dan Kelongsong Zircalloy.* Buletin. VIII, 3.
- Sudianto. A., Widodo. P., Cahyadi. T.A., Pratiwi. 2011. *Prosiding TPT XX Perhaps 2011 Analisa Kelayakan Ekonomi Rencana Penambangan Biji Mangan di Daerah Karangsari Kabupaten Kulonprogo-DIY.* Program Studi Teknik Pertambangan–FTM UPN “Veteran” Yogyakarta.
- Sumardi, S., Mubarak, M.Z., Saleh, Nuryadi. 2013. *Pengolahan Bijih Mangan Menjadi Mangan Sulfat Melalui Pelindihan Reduktif*

Menggunakan Asam Oksalat Dalam Suasana Asam. Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung.

Takeuchi, Y. 2006. *Buku Teks Pengantar Kimia Terjemahan Ismunandar.* Tokyo : Iwanami Shotens.

Trifoni, M., Veglio, F., Taglieri, G., Toro, L. 2000. *Acid Leaching Process By Using Glucose As Reducing Agent : A Comparison Among The Efficiency Of Different Kinds Of Manganiferous Ores.* Mineral Engineering. 13, 217-221.

Wang, J. 2006. *Analytical Electrochemistry.* New York City : Wiley.

Yuanbo, Z., Zhixiong, Y., Guanghui, L., Tao, J. 2013. *Manganese Extraction by Sulfur-Based Reduction Roasting-Acid Leaching From Low Grade Manganese Oxide Ore.* Hydrometallurgy. 89, 137-159.

Zhang, W., Cheng, C.Y. 2007. *Manganese Metallurgy Review Part I : Leaching of Ore / Secondary Materials and Recovery of Electrolytic / Chemical Manganese Dioxide.* Hydrometallurgy. 105, 96-102.

LAMPIRAN A

PEMBUATAN LARUTAN

A.1. Pembuatan Larutan MnSO_4 1.000 ppm

Pembuatan larutan MnSO_4 1.000 ppm dilakukan dengan cara melarutkan padatan MnSO_4 menggunakan aqua DM dalam labu ukur 100 mL. Maka ditentukan massa dari padatan MnSO_4 untuk membuat larutan MnSO_4 1.000 ppm

$$\begin{aligned}\text{Mr MnSO}_4 &= 151 \text{ gram/mol} \\ \text{Ar Mn} &= 55 \text{ gram/mol} \\ \text{ppm Mn} &= 1.000 \text{ ppm}\end{aligned}$$

Untuk mengetahui berapa banyak MnSO_4 yang dibutuhkan dalam pembuatan larutan standar Mn 1.000 ppm, maka dilakukan perhitungan sebagai berikut

$$\begin{aligned}\frac{\text{ppm Mn}}{\text{ppm MnSO}_4} &= \frac{\text{Ar Mn}}{\text{Mr MnSO}_4} \\ \frac{1.000 \text{ ppm}}{\text{ppm MnSO}_4} &= \frac{55}{151}\end{aligned}$$

$$\text{ppm MnSO}_4 = 2.745,45 \text{ ppm}$$

Jadi, 1.000 ppm Mn sama dengan 2.745,45 ppm MnSO_4 . Sehingga padatan MnSO_4 yang dibutuhkan untuk membuat larutan yang sama dengan 1.000 ppm Mn adalah sebagai berikut

$$\text{ppm MnSO}_4 = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$2.745,45 \text{ ppm} = \frac{\text{mg}}{0,1 \text{ L}}$$

$$\text{MnSO}_4 \text{ mg} = 274,54 \text{ mg}$$

Jadi, untuk membuat larutan MnSO_4 1.000 ppm dilarutkan padatan MnSO_4 terlebih dulu dengan aqua DM secukupnya sebanyak 274,54 mg ke gelas beker. Lalu dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.1.1 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 100 ppm

Pembuatan larutan standar MnSO_4 100 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan MnSO_4 1.000 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan MnSO_4 1.000 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi larutan standar MnSO_4 100 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\1.000 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 100 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar MnSO_4 100 ppm diambil 10 mL larutan MnSO_4 1.000 ppm dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.1.2 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 50 ppm

Pembuatan larutan standar MnSO_4 50 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar MnSO_4 100 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar MnSO_4 100 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi larutan standar MnSO_4 50 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\100 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 50 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 50 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar MnSO_4 50 ppm diambil 50 mL larutan standar MnSO_4 100 ppm dan

dimasukan kedalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.1.3 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 40 ppm

Pembuatan larutan standar MnSO_4 40 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar MnSO_4 50 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar MnSO_4 50 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi larutan standar MnSO_4 40 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\50 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 40 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 80 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar MnSO_4 40 ppm diambil 80 mL larutan standar MnSO_4 50 ppm dan dimasukan kedalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.1.4 Pembuatan Larutan Standar MnSO_4 30 ppm

Pembuatan larutan standar MnSO_4 30 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar MnSO_4 40 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar MnSO_4 40 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi larutan standar MnSO_4 30 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\40 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 30 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 75 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar MnSO_4 30 ppm diambil 75 mL larutan standar MnSO_4 40 ppm dan dimasukan kedalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.1.5 Pembuatan Larutan Standar MnSO₄ 20 ppm

Pembuatan larutan standar MnSO₄ 20 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar MnSO₄ 30 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar MnSO₄ 30 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi larutan standar MnSO₄ 20 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\30 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 20 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 66,7 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar MnSO₄ 20 ppm diambil 66,7 mL larutan standar MnSO₄ 30 ppm dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.1.6 Pembuatan Larutan Standar MnSO₄ 10 ppm

Pembuatan larutan standar MnSO₄ 10 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar MnSO₄ 20 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar MnSO₄ 20 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi larutan standar Mn 10 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\20 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 10 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 50 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar MnSO₄ 10 ppm diambil 50 mL larutan standar MnSO₄ 20 ppm dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.2. Pembuatan Larutan H₂SO₄ 4 M

Pembuatan H₂SO₄ 4 M dilakukan dengan cara mengencerkan H₂SO₄ pekat 98% :

$$\begin{aligned}\% \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} &= 98\% \\ \text{H}_2\text{SO}_4 &= 1,98 \text{ g/mol} \\ \text{Mr H}_2\text{SO}_4 &= 98 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

Untuk mengetahui M H₂SO₄ 98% :

$$\begin{aligned}M &= \frac{.10. \%}{\text{Mr}} \\ M &= \frac{1,84 . 10 . 98}{98}\end{aligned}$$

$$M \text{ H}_2\text{SO}_4 98\% = 18,40 \text{ M}$$

Untuk mengetahui berapa mL H₂SO₄ 98% yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi H₂SO₄ 4 M yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 18,40 . V_1 &= 4 . 500 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{2.000}{18,40} \\ &= 106,50 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat H₂SO₄ 4M dari H₂SO₄ 98% diambil 106,50 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 500 mL yang telah terisi aqua DM secukupnya, kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.2.1 Pembuatan Larutan H₂SO₄ 2 M

Pembuatan larutan H₂SO₄ 2 M dilakukan dengan cara mengencerkan larutan H₂SO₄ 4 M. Untuk mengetahui berapa mL larutan H₂SO₄ 4 M yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi larutan H₂SO₄ 2 M yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\4 \text{ M} \cdot V_1 &= 2 \text{ M} \cdot 250 \text{ mL} \\V_1 &= 125 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan H₂SO₄ 2 M diambil 125 mL larutan H₂SO₄ 4 M dan dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL yang telah terisi aqua DM secukupnya kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.2.2 Pembuatan Larutan H₂SO₄ 1 M

Pembuatan larutan H₂SO₄ 1 M dilakukan dengan cara mengencerkan larutan H₂SO₄ 2 M. Untuk mengetahui berapa mL larutan H₂SO₄ 2 M yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi larutan H₂SO₄ 1 M yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\2 \text{ M} \cdot V_1 &= 1 \text{ M} \cdot 250 \text{ mL} \\V_1 &= 125 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan H₂SO₄ 1 M diambil 125 mL larutan H₂SO₄ 2 M dan dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL yang telah terisi aqua DM secukupnya kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

A.3. Pembuatan Larutan H₂C₂O₄ 0,80 M

Pembuatan larutan H₂C₂O₄ 0,80 M dilakukan dengan cara melarutkan garam oksalat menggunakan aqua DM dalam labu ukur 100 mL. Maka ditentukan massa dari garam oksalat untuk membuat larutan H₂C₂O₄ 0,80 M

$$\begin{aligned}
 \text{Mr MnSO}_4 &= 126 \text{ gram/mol} \\
 \text{Volume air} &= 0,10 \text{ L} \\
 \text{M H}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= 0,80 \text{ M} \\
 \text{MH}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= \frac{\text{Massa H}_2\text{C}_2\text{O}_4}{\text{Mr H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times \frac{1}{\text{Volume air (L)}}
 \end{aligned}$$

$$0,80 = \frac{\text{Massa H}_2\text{C}_2\text{O}_4}{151 \text{ gram/mol}} \times \frac{1}{0,1 \text{ L}}$$

$$10,08 = \text{Massa oksalat}$$

Jadi, untuk membuat larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,80 M dilarutkan garam oksalaterlebih dulu dengan aqua DM sebanyak 10,08 gram ke gelas beker. Lalu dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN B

B.1 Pembuatan Kurva Standar MnSO_4

Pembuatan kurva standar ini berfungsi sebagai perhitungan konsentrasi MnSO_4 saat pengujian sampel menggunakan instrumen AAS. Berikut merupakan absorbansi dan persamaan kurva standar MnSO_4 .

Data pembuatan kurva standar AAS untuk kurva standar Mn ditunjukkan pada Tabel B.1

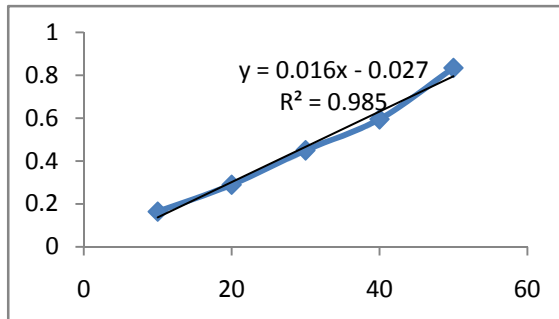
Tabel B.1 Data Arus Puncak Kurva Standar MnSO_4

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
10	0.1641
20	0.2894
30	0.4498
40	0.5946
50	0.8336

Kurva standar MnSO_4 dalam AAS ditunjukkan pada Gambar B.1. Dari kurva standar MnSO_4 diperoleh persamaan garis $y = 0,016x - 0,027$ dengan $R^2 = 0,985$

B.2 Pelindihan sampel pasta baterai

Pelindihan sampel pasta baterai dilakukan dengan menggunakan pelarut asam sulfat dengan variasi konsentrasi 1 M, 2 M, dan 5 M, reduktore asam oksalat 0,8 M dengan rasio padat-cair 1:55, pada suhu 70°C



Gambar B.1 Kurva Standar MnSO_4

dengan variasi suhu 20 menit, 40 menit, dan 60 menit, dan kecepatan pengadukan 300 rpm. Pelindihan ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi serta waktu pada pelindihan Mn pada pasta baterai. Filtrat pelindihan diencerkan terlebih dahulu untuk diuji menggunakan instrumen Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) sehingga didapatkan hasil kadar Mn dalam larutan filtrat pelindihan. Data pengurangan massa sampel ditunjukkan pada Tabel B.2 dan Tabel B.3.

Tabel B.2 Pengurangan Massa Pasta Baterai pada Proses Pelindihan Menggunakan Asam Sulfat 2 M Dengan Variasi Waktu 20, 40, dan 60 menit

Variasi Konsentrasi (M)	Waktu (menit)	Massa Awal (mg)	Massa Akhir (mg)
2	20	1.000	619,5
	40	1.000	593,9
	60	1.000	499,1

Tabel B.3. Pengurangan Massa Pasta Baterai pada Proses Pelindihan Dengan Variasi Asam Sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M Selama 60 menit

Variasi Konsentrasi (M)	Massa Awal (mg)	Massa Akhir (mg)
1	1.000	535,8
2	1.000	499,1
4	1.000	497,3

Setelah diuji dengan instrumen AAS, didapatkan hasil pengujian pada Tabel B.4 dan Tabel B.5. Data pada tersebut digunakan untuk menentukan kadar Mn dalam larutan setelah pelindihan. Perhitungan dilakukan sebagai berikut, diambil contoh perhitungan dari data pelindihan dengan asam sulfat berkonsentrasi 2 M selama 20 menit. Absorbansi pada data tersebut adalah 0,5997 ; nilai absorbansi tersebut dimasukkan ke dalam persamaan kurva standar Mn.

$$y = 0,016x - 0,027$$

$$0,5997 = 0,016x - 0,027$$

$$x = 38,213$$

Tabel B.4. Hasil Pengujian Larutan Hasil Pelindihan Asam Sulfat 2 M Dengan Variasi Waktu 20, 40, dan 60 Menit Menggunakan Instrumen AAS

Variasi Konsentrasi (M)	Waktu (menit)	fp	Absorbansi
2	20	100	0,5997
	40	100	0,6836
	60	100	0,7607

Tabel B.4. Hasil Pengujian Larutan Hasil Pelindihan Dengan Variasi Asam Sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M Selama 60 Menit Menggunakan Instrumen AAS

Variasi Konsentrasi (M)	fp	Absorbansi
1	100	0,5958
2	100	0,7607
4	100	0,9749

x adalah konsentrasi Mn (ppm). Nilai x tersebut dimasih dalam satuan ppm, maka diubah ke dalam satuan mg dengan cara sebagai berikut

$$38,213 \text{ ppm} = 38,213 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$= \frac{38,213 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

Kemudian dihitung mg Mn dalam 100 mL filtrat awal :

$$\frac{\text{mg Mn}}{100 \text{ mL}} = \frac{38,213 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$\text{mg Mn} = 3,8213 \text{ mg}$$

$$\text{Konsentrasi Mn (mg)} = 3,8213 \text{ mg}$$

Konsentrasi yang telah diubah satuannya menjadi mg dikalikan dengan faktor pengenceran (fp) dimana fp pada larutan filtrat hasil pelindihan menggunakan pengenceran bertingkat 10 kali dengan mengambil 10 mL filtrat yang diencerkan hingga 100 mL, kemudian diencerkan kembali 10

kali dengan mengambil 10 mL dari filtrat yang telah diencerkan 10 kali lalu diencerkan lagi hingga 100 mL. Maka didapatkan fp 100 kali.

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi Mn (mg)} &= 3,8213 \text{ mg} \cdot 100 \\ \text{Konsentrasi Mn (mg)} &= 38,213 \text{ mg}\end{aligned}$$

Dengan cara yang sama perhitungan ini dilakukan untuk mendapatkan nilai konsentrasi dalam satuan mg pada hasil pengujian lainnya. Sehingga didapatkan hasil seperti pada Tabel B.6 dan Tabel B.7.

Tabel B.6. Hasil Perhitungan Larutan Hasil Pelindihan Asam Sulfat 2 M Dengan Variasi Waktu 20, 40, dan 60 Menit Dalam Satuan mg

Variasi Konsentrasi (Molar)	Waktu (menit)	Konsentrasi (mg)
2	20	382,13
	40	433,29
	60	480,30

Tabel B.7. Hasil Perhitungan Larutan Hasil Pelindihan Dengan Variasi Asam Sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M Selama 60 Menit Dalam Satuan mg

Variasi Konsentrasi (M)	Konsentrasi (mg)
1	379,76
2	480,30
4	610,91

Dalam pengujian AAS, nilai kadar Mn nilai kadar Mn dalam larutan hasil pelindihan juga perlu diperhitungkan. Sebelum memulai perhitungan, volume filtrat setelah pelindihan harus dicatat. Selain itu, dalam perlakuan ini dilakukan pengenceran bertingkat, yakni dua kali. Perhitungan kadar ini tidak menggunakan fp sebesar 100 kali tetapi 10 kali. Sehingga perhitungannya adalah sebagai berikut

$$\text{Konsentrasi (mg)} \cdot \left(\frac{V_{\text{filtrat}}}{fp} \right) = \text{Konsentrasi (ppm)}$$

$$382,13 \text{ mg} \cdot \left(\frac{50 \text{ mL}}{10} \right) = \text{Konsentrasi (ppm)}$$

$$\text{Konsentrasi (ppm)} = 1.910,67 \text{ ppm}$$

Konsentrasi dalam satuan ppm diatas diubah satuannya menjadi mg

$$\text{Konsentrasi (ppm)} \cdot \frac{V_{\text{filtrat}}}{1000} = \text{Konsentrasi (mg)}$$

$$1.910,67 \text{ ppm} \cdot \frac{50 \text{ mL}}{1000} = \text{Konsentrasi (mg)}$$

$$\text{Konsentrasi (mg)} = 95,53 \text{ mg}$$

Berat awal semua sampel sebelum dilindih adalah 1000 mg. Kadar pelindihan Mn didapatkan dengan perhitungan sebagai berikut

$$\frac{\text{Konsentrasi (mg)}}{\text{Berat awal sampel (mg)}} \cdot 100\% = \% \text{ pelindihan}$$

$$\frac{95,53 \text{ mg}}{1.000 \text{ mg}} \cdot 100\% = 9,55 \%$$

Maka, hasil keseluruhan pelindihan Mn dengan variasi konsentrasi asam sulfat dan variasi waktu dapat dilihat pada Tabel B.8 dan Tabel B.9.

Tabel B.8. Kadar Prosentase Pelindihan Mn Menggunakan Asam Sulfat 2 M Dengan Variasi Waktu 20, 40, dan 60 Menit

Variasi Konsentrasi (M)	Waktu (menit)	Volume Filtrat (mL)	Konsentrasi (mg)	% Pelindihan
2	20	50	95,53	9,55%
	40	51	112,70	11,27%
	60	51	124,93	12,49%

Tabel B.9. Kadar Prosentase Pelindihan Mn Menggunakan Asam Sulfat 1 M, 2 M, dan 4 M Selama 60 Menit

Variasi Konsentrasi (M)	Volume Filtrat (mL)	Konsentrasi (mg)	% Pelindihan
1	51	98,77	9,88%
2	51	124,93	12,49%
4	51	158,90	15,89%

Dengan adanya perhitungan kadar abu dari sampel, maka hasil pelindihan Mn dihitung dengan memperhatikan kadar abu pasta baterai yaitu 54%. Diambil contoh perhitungan persentase pelindihan Mn menggunakan Asam Sulfat 2 M selama 20 menit, maka didapatkan perhitungan sebagai berikut

% Pelindihan = 9,55%

% Kadar abu = 54%

% Pelindihan = $\frac{100\%}{54\%} \cdot 9,55\% = 17,69\%$

Sehingga hasil pelindihan dapat dilihat pada Tabel B.10 dan Tabel B.11

Tabel B.10. Hasil Perhitungan Prosentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Waktu

Variasi Konsentrasi (M)	Waktu (menit)	Konsentrasi (mg)	% Pelindihan
2	20	95,53	17,69%
	40	112,70	20,87%
	60	124,93	23,13%

Tabel B.11. Hasil Perhitungan Prosentase Pelindihan Ditinjau Dari Perubahan Konsentrasi Selama 60 menit

Variasi Konsentrasi (M)	Konsentrasi (mg)	% Pelindihan
1	98,77	18,29%
2	124,93	23,13%
4	158,90	29,43%

B.3 Perhitungan sampel *slurry* hasil elektrolisis

Saat elektrolisis telah dilakukan, terbentuk endapan didalam larutan. Endapan tersebut berwarna hitam dan berada di dasar gelas. Pada Tabel B.12 dan Tabel B.13 menunjukkan besarnya endapan hasil elektrolisis Mn

Tabel B.12. Massa *slurry* saat Elektrolisis bertegangan 3 Volt

Waktu (menit)	Massa (mg)
20	18,5
40	35,8
60	57,3

Tabel B.13. Massa *slurry* saat Elektrolisis bertegangan 5 Volt

Waktu (menit)	Massa (gram)
20	50,9
40	107,8
60	155,9

Untuk mengetahui berapa nilai massa teori elektrolisis Mn, digunakan persamaan (2.5). Digunakan pula arus listrik yang terbaca pada *power supply*, 0,3 A untuk 3 Volt dan 1,5 A untuk 5 Volt dan nilai $e = Ar \text{ Mn}/2$ karena oksidasi dari Mn^{2+} menjadi Mn^{4+} .

$$\text{massa gram} = \frac{e.i.t}{96500}$$

$$\text{massa gram} = \frac{55.0,3.20.60}{2.96500}$$

$$\text{massa (gram)} = 0,1026$$

Sedangkan untuk menghitung Massa Mn dalam endapan dapat dihitung dengan cara perbandingan Ar dan Mr. Digunakan data endapan pada tegangan 3 V selama 20 menit. Diasumsikan semua endapan yang terbentuk adalah senyawa MnO_2

Massa *slurry* = 18,5 mg

Ar Mn = 55 gram/mol

Mr MnO₂ = 87 gram/mol

Massa Mn = 18,5 mg $\cdot \frac{55}{87} = 12,4$ mg

Dengan cara yang sama, didapatkan hasil seperti pada Tabel B.14 dan Tabel B.15

Tabel B.14 Perbandingan massa *Mnslurry* dan massa teori elektrolisis dengan tegangan 3 Volt

Waktu (menit)	Massa Mn <i>slurry</i> (mg)	Massa teori (mg)
20	12,4	102,6
40	24,0	205,2
60	38,4	307,8

Tabel B.15 Perbandingan massa *slurry* dan massa teori elektrolisis dengan tegangan 5 Volt

Waktu (menit)	Massa Mn <i>slurry</i> (mg)	Massa teori (mg)
20	34,1	512,9
40	72,3	1.025,6
60	104,5	1.538,9

BIODATA PENULIS



Penulis dengan nama lengkap Muhammad Iman Hidayat yang biasa dikenal Iman lahir pada tanggal 25 Agustus 1994 di Surabaya merupakan anak pertama dari dua bersaudara mempunyai hobi membaca buku, berolahraga, mendengarkan musik, dan menonton film. Selama kuliah S1 di Kimia ITS, penulis aktif berorganisasi di Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) ITS dan aktif di kepanitiaan Chemistry Week (CW) Kimia ITS dan ITS Expo. Penulis juga pernah mengikuti Kerja Praktek di PT. Miwon Indonesia, Gresik, Jawa Timur pada tahun 2016. Pada masa akhir studi, penulis melakukan penelitian mengenai pemisahan mangan (iv) oksida dari limbah pasta baterai dengan metode elektrolisis. Penelitian yang dilakukan penulis dilakukan dengan Bapak Suprpto, M.Si, Ph.D sebagai dosen pembimbing.

E-mail : muhammadimanhidayat@gmail.com

Telepon : 0812 2648 0632